

Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

ZAVRŠNI RAD

Ivica Zdelarec

Zagreb, 2010.

Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

ZAVRŠNI RAD

Voditelj rada:
Doc. dr. sc. Darko Landek

Ivica Zdelarec

Zagreb, 2010.

Sažetak:

U radu su opisana svojstva i toplinska obrada brzoreznih čelika, s primjenom suvremenog postupka dubokog hlađenja. Ispitivanjima tvrdoće, rendgenskom difrakcijom i dilatometrijskim ispitivanjem istražen je utjecaj dubokog hlađenja i popuštanja na svojstva kaljenog brzoreznog čelika Böhler S390 Microclean®.

Ispitivanja su pokazala da temperatura austenitizacije ima značajan utjecaj na svojstva klasično kaljenog i popuštenog brzoreznog čelika, ali i duboko hlađenog čelika Böhler S390 Microclean®. Prema rezultatima dilatometrijske analize dubokim hlađenjem je moguće gotovo potpuno ukloniti zaostali austenit i postići maksimalno sekundarno otvrdnuće brzoreznog čelika uz minimalnu promjenu dimenzija. Kod klasično kaljenog i popuštenog ispitnog uzorka također je postignuto sekundarno otvrdnuće, ali uz značajno povećanje duljine dilatometrijskih uzoraka.

Ključne riječi: Brzorezni čelici, duboko hlađenje, popuštanje, S390

Abstract:

This thesis describes the properties and heat treatment of high speed steels, with the application of modern process of deep cryogenic treatment. Hardness tests, X-ray diffraction and dilatometry tests were conducted to examine the influence of cryogenic treatment and tempering on properties of quenched Böhler S390 Microclean® steel.

Researches have shown that the temperature of austenitization has a significant impact on the properties of conventionally quenched and tempered steel, but also that of a deep cooled Böhler S390 Microclean® steel. According to the results of dilatometric analysis, cryogenic treatment can almost completely eliminate residual austenite and achieve maximum secondary hardness of high speed steel with minimal length difference. Maximum secondary hardness is achievable even with conventionally quenched and tempered steel, but with significant increase in the length of dilatometry samples.

Keywords: High speed steels, deep cryogenic treatment, tempering, S390

Sadržaj

Popis slika i tablica.....	I
Popis oznaka i mjernih jedinica fizikalnih veličina.....	III
Izjava	V
1. Uvod.....	1
2. BRZOREZNI ČELICI	3
2.1. Kemijski sastav i dijagrami stanja brzoreznih čelika	3
2.2. Toplinska obrada brzoreznih čelika	7
2.2.1. Postupci žarenja.....	7
2.2.2. Kaljenje brzoreznih čelika	9
2.2.3. Popuštanje	13
2.2.4. Površinska obrada.....	18
2.3. Metalurgija praha u proizvodnji brzoreznih čelika	20
2.4. Posebnosti kemijskog sastav i toplinske obrade Böhler S390 Microclean® brzoreznog čelika	23
3. DUBOKO HLAĐENJE BRZOREZNIH ČELIKA	26
3.1. Ciljevi primjene dubokog hlađenja	26
3.2. Provedba postupka dubokog hlađenja	27
3.3. Utjecaj dubokog hlađenja na mikrostrukturu i svojstva brzoreznih čelika	31
3.3.1. Promjene mikrostrukture dubokim hlađenjem	31
3.3.2. Utjecaj na mehanička svojstva,	33
3.4. Primjeri primjene	37
4. PRIPREMA I PROVEDBA ISPITIVANJA	42
4.1. Plan pokusa.....	42
4.1.1. Izrada uzoraka	42
4.1.2. Toplinska obrada	44
4.2. Metode ispitivanja uzoraka.....	47
4.2.1. Rendgenska difrakcija.....	47
4.2.2. Mikrostrukturna analiza	48

4.2.3.	Dilatometrijska analiza	51
5.	REZULTATI ISPITIVANJA I DISKUSIJA REZULTATA	52
5.1.	XRD analiza.....	52
5.2.	Mikrostrukturno i mehaničko ispitivanje.....	56
5.3.	Dilatometrijsko ispitivanje.....	60
6.	Zaključak.....	65
	Literatura.....	66
	Prilozi.....	68
	Prilog 1: Rezultati ispitivanja tvrdće.....	68
	Prilog 2: Parametri ispitivanja XRD analizom.....	70
	Prilog 3: Rendgenogrami	71
	Prilog 4: Dijagram brzina popuštanja	74
	Prilog 5: Vrijednost korekcije temperature	75
	Prilog 6: Nacrt izrezivanja uzoraka	76

Popis slika i tablica

Slike

Slika 2.1. Pseudobinarni dijagram čelika S 18-0-1 (Č6880) [4]	4
Slika 2.2. Izotermički presjek Fe-W-C sustava brzoreznog čelika [1].....	5
Slika 2.3. Postupci mekog žarenja:	8
Slika 2.4. Dijagram raskaljivanja postupka brzoreznih čelika po Gill-u [1].....	9
Slika 2.5. Utjecaj temperature austenitizacije na M_s i M_f temperature [1].....	10
Slika 2.6. Utjecaj temperatura i trajanja austenitizacije na krivulje konstantnih tvrdoća nakon gašenja [1]	11
Slika 2.7. Utjecaj temperature sredstva za gašenje na udjele	12
Slika 2.8. Ovisnost tvrdoće brzoreznog čelika Č6880 o temperaturi i trajanju popuštanja [1]	14
Slika 2.9. Dijagram postupka kaljenja i popuštanja brzoreznog čelika [1].....	16
Slika 2.10. Krivulja izotermičke pretvorbe u bainit pri 315°C [1].....	17
Slika 2.11. Dijagram postupka bainitne obrade brzoreznog čelika [1].....	17
Slika 2.12. PVD postupak.....	19
Slika 2.13. Postupak dobivanja praškastih materijala [22].....	21
Slika 2.14. Usporedba mikrostruktura:	22
Slika 2.15. Potrebno vrijeme držanja u solnoj kupci [20]	24
Slika 2.16. TTT dijagram čelika Böhler S390 Microclean® [20]	24
Slika 2.17. Krivulja popuštanja Böhler S390 Microclean® čelika [20]	25
Slika 2.18. Dijagram toplinske obrade čelika Böhler S390 Microclean®	25
Slika 3.1. Uptonov dijagram [2].....	26
Slika 3.2. Direktno hlađenje [23]	28
Slika 3.3. Indirektno hlađenje [24].....	29
Slika 3.4. Dijagrami tijeka postupka dubokog hlađenja: a) kod pojave prezasićenog martenzita, b) sa svrhom ostvarivanja najveće dimenzijske postojanosti	30
Slika 3.5. Usporedba broja precipitiranih karbida sa temperaturom i vremenom trajanja procesa [6] ...	32
Slika 3.6. Rezultati istraživanja [6].....	32
Slika 3.7. Alati podvrgnuti postupku dobokog ohlađivanja [5]	37
Slika 3.8. Usporedba pukotina nastalih na tvornički obrađenom disku (desno) i naknadno tretiranog postupkom dubokog hlađenja (lijevo) [21]	39
Slika 3.9. Usporedba tretiranog(lijevo) i netretiranog(desno) diska iz istraživanja objavljenog u časopisu [24]	39
Slika 4.1. Dimenzije uzoraka a) za dilatometriju, b) za metalografiju, c) za rendgensku difrakciju	44
Slika 4.2. Dijagram kaljenja uzoraka.....	45
Slika 4.3. Dijagram popuštanja	46
Slika 4.4. Shematski prikaz toplinske obrade uzoraka	46

Slika 4.5. Pripremanje uzorka za metalografsku analizu [16]:.....	49
Slika 4.6. Poliranje uzorka na brusnom papiru (a) i strojno poliranje više uzoraka odjednom [15]	50
Slika 4.7. Shematski prikaz utjecaja kemijskog nagrizanja uzorka na mikroskopiranje [16].....	50
Slika 4.8. Shema zapisa dilatometričkog ispitivanja [17].....	51
Slika 5.1. Rendgenogrami.....	53
Slika 5.2. Rendgenogrami uzoraka 1130A (a) i 1130B (b).....	54
Slika 5.3. Rendgenogrami za stanja A i B za sve temperature austenitizacije.....	55
Slika 5.4. Tvrdće uzoraka temperature austenitizacije 1130°C.....	58
Slika 5.5. Tvrdće uzoraka temperature austenitizacije 1180°C.....	59
Slika 5.6. Tvrdće uzoraka temperature austenitizacije 1230°C.....	59
Slika 5.7. Modernizirani dilatometar A.D.A.M.E.L. DP55.....	60
Slika 5.8. Shematski prikaz moderniziranog dilatometra A.D.A.M.E.L. DP55 [17].....	61
Slika 5.9. Dilatogrami ispitnih uzoraka 1 i 2 izrađenih od Böhler S390 Microclean® čelika nakon kaljenja sa temperature austenitizacije 1130°C (N ₂) i:.....	62
Slika 5.10. Dilatogramu ispitnih uzoraka 3 i 4 izrađenih od Böhler S390 Microclean® čelika nakon kaljenja sa temperature austenitizacije 1180°C (N ₂) i:	63
Slika 5.11. Dilatogrami ispitnih uzoraka 5 i 6 izrađenih od Böhler S390 Microclean® čelika nakon kaljenja sa temperature austenitizacije 1230°C (N ₂) i:	64

Tablice

Tablica 2-1: Usporedba sastava i brzine rezanja brzoreznih čelika [1].....	3
Tablica 2-2: Kemijski sastav mikrostrukturnih uobičajenog brzoreznog čelika na polaznom stanju i na temperaturi austenitizacije [1]	10
Tablica 2-3: Sastav Böhler S390 Microclean® čelika [20].....	23
Tablica 3-1: Utjecaj dubokog hlađenja na tvrdoću brzoreznog čelika W6Mo5CV2 [9]	34
Tablica 3-2: Utjecaj toplinske obrade na udarnu žilavost brzoreznog čelika W6Mo5CV2 [9]	35
Tablica 4-1 Stanja i oznake uzoraka	43
Tablica 5-1: Mikrostrukture uzoraka:	57

Popis oznaka i mjernih jedinica fizikalnih veličina

A	Austenit
Az	Zaostali austenit
A,mm ²	Poprečni presjek
B	Bainit
B'	Sekundarni bainit
BCC	Prostorno centrirana kubična rešetka
CVD	Kemijsko prevlačenje iz parne faze (engl. <i>chemical vapour deposition</i>)
DH	Duboko hlađenje
d, mm	Promjer
HB	Tvrdoća po Brinell-u
HCP	Heksagonska gusto slagana rešetka
HV	Tvrdoća po Vickers-u
HV0,01	Tvrdoća po Vickers-u dobivena utiskivanjem penetratora silom od 0,01 x 9,81N
HV0,05	Tvrdoća po Vickers-u dobivena utiskivanjem penetratora silom od 0,05 x 9,81N
HRC	Tvrdoća po Rockwell-u
K	Karbidi
Ke	Eutektički karbidi
K"	Sekundarni karbidi
M	Martenzit
M'	Primarni martenzit
Ms, °C	Temperatura početka stvaranja martenzita pri gašenju
M _s ", °C	Temperatura početka stvaranja sekundarnog martenzita
Mf, °C	Temperatura početka stvaranja martenzita pri gašenju

PACVD	Plazmom aktivirano kemijsko prevlačenje iz parne faze (engl. <i>plasma activated chemical vapour deposition</i>)
R_m , N/mm ²	Vlačna čvrstoća
t, h	Vrijeme
Td,s	Vrijeme držanja
Tp,μm	Širina tolerancijskog polja
ϑ , °C,K	Temperatura
ϑ_a , °C	Temperatura austenitizacije
ϑ_p , °C	Temperatura popuštanja
ϑ_z , °C	Temperatura žarenja
$\vartheta_{\text{sredstva}}$, °C	Temperatura sredstva za ohlađivanje
Δl , μm	Promjena duljine

Izjava

Izjavljujem da sam završni rad izradio samostalno uz stručnu pomoć mentora doc. dr. sc. Darka Landeka te uz korištenje navedene literature i rezultata dobivenih ispitivanjem.

Ovim putem zahvaljujem svima koji su mi pomogli u izradi završnog rada, a posebno mentoru dr. sc. Darku Landeku i asistentu Hrvoju Rafaelu za pruženu stručnu pomoć te svojoj obitelji za podršku pruženu tijekom studiranja.

1. Uvod

Još su prije 150 godina švicarski urari primijetili da je izlaganje dijelova njihovih preciznih satova ekstremnim hladnoćama poboljšalo njihova svojstva. Tako su neki od njih zupčanike nakon izrade skladištili u spiljama tijekom hladnih zima u Švicarskoj.

Duboko hlađenje je postupak u kojem se materijal podvrgava temperaturama ispod 0°C. To su najčešće temperature suhog leda ($\approx -90^{\circ}\text{C}$) i tekućeg dušika ($\approx -196^{\circ}\text{C}$). Kod čelika jedino dubokim hlađenjem možemo dobiti strukturu 100% martenzita, dok su kod običnih obrada ti udjeli bliži 90%. Takva struktura je osobito važna za brzorezne čelike koji rade pri visokim opterećenjima i moraju imati visoku tvrdoću.

U već obavljenim znanstvenim istraživanjima već je istraživao utjecaj implementiranja dubokog hlađenja u postupak toplinske obrade brzoreznih čelika [6,7,11,12,17,18]. U većini radova primijećen je pozitivan učinak i zaključeno je da se najveća dobit dobiva integriranjem dubokog hlađenja u postupke popuštanja.

U radu će se ispitati utjecaj dubokog hlađenja na pojave pri popuštanju brzoreznih čelika. Kako bi se čitatelj pobliže upoznao sa tematikom prije izlaganja rezultata ispitivanja, prvo su opisana povijest, svojstva i uporaba brzoreznih čelika. Nakon toga opisan je i postupak toplinske obrade brzoreznih čelika.

U sljedećem poglavlju pobliže je opisan postupak, uporaba i utjecaj dubokog hlađenja na metalne materijale.

U eksperimentalnom dijelu provedena su metalografska i dilatometrijska ispitivanja, kao i rendgenska difrakcija. Testiranja su provedena na brzoreznom čeliku S390 Microclean® tvrtke Böhler.

Teorijski dio

2. BRZOREZNI ČELICI

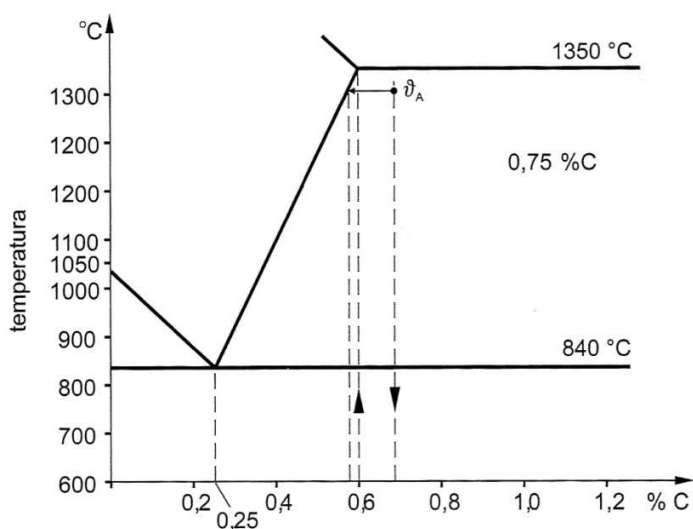
2.1. Kemijski sastav i dijagrami stanja brzoreznih čelika

Brzorezni čelici omogućuju ostvarivanje iznimno visokih brzina obrade, čime se povećava ekonomičnost obrade. Razvijeni su iz legiranih čelika kaljivih na zraku. Sastav takvih “samokaljivih” čelika bio je: 2% ugljika, 5-10% volframa i do 2% molibdena. Prvi takav čelik proizveden je još 1860. godine. U to doba nije još spoznata važnost visoke temperature austenitizacije, pa ovi čelici nisu bili rabljeni za namjene u kojima bi njihova svojstva najviše došla do izražaja. Tek je nakon ispitivanja utjecaja temperature austenitiziranja zaključeno da je tvrdoća ovih čelika pri povišenim temperaturama dovoljna za korištenje u alatima za odvajanje čestica i to pri velikim brzinama obrade. U tom ispitivanju je otkriveno da temperatura austenitiziranja mora biti u blizini temperature solidusa. Prvi čelik sastava približnog danim brzoreznim čelicima predstavljen je 1900. godine na svjetskoj izložbi u Parizu. U tablici 2-1 dana je usporedba sastava tog čelika sa današnjim brzoreznim čelikom. Daljnjim razvojem ovih čelika povećavao se udio vanadija, a uskoro je spoznat i utjecaj kobalta na tvrdoću pri povišenim temperaturama tako da se i on počeo dodavati sastavu brzoreznih čelika. Dalje se pokazalo potrebnim povišiti udio ugljika, kako bi se spriječilo nastajanje delta-ferita. Nakon pronalaska većih nalazišta molibdena u američkoj državi Colorado počelo se sa razvojem brzoreznih čelika u kojima molibden preuzima ulogu volframa [1,14].

Tablica 2-1: Usporedba sastava i brzine rezanja brzoreznih čelika [1]

Naziv čelika	Sastav %				Ekonomična brzina rezanja, m/min
	C	Cr	W	V	
Ugljični	1,05	0,2	-	-	5
Brzorezni čelik iz 1900. godine	1,85	3,8	8,0	0,3	18
Današnji W6Mo5Cr4V2 (M2)	0,95	4,2	6,0	2,0	30

O mikrostrukтури brzoreznih čelika može se kvalitativno zaključivati iz shematskog prikaza pseudobinarnog dijagrama čelika S 18-0-1 (Č6880) (sl.2.1.). Iz tog dijagrama možemo zaključiti da su brzorezni čelici podeutektički (ledeburitni). Tu se očituje razlog potrebe za visokom temperaturom austenitizacije. Ona je ovdje samo 20°C ispod temperature solidusa.

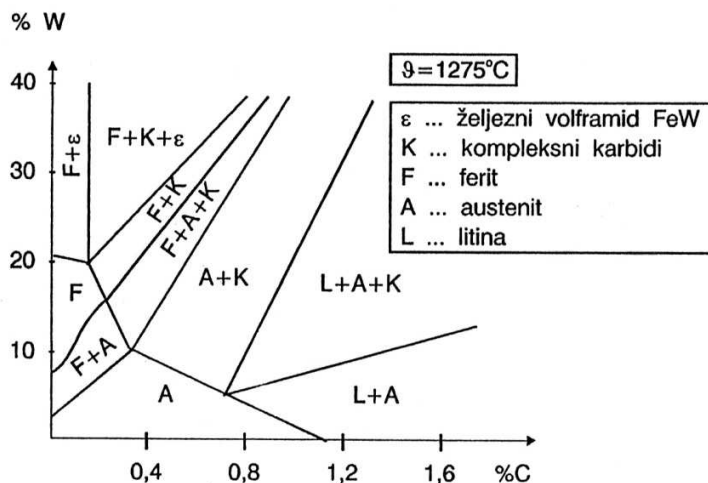


Slika 2.1. Pseudobinarni dijagram čelika S 18-0-1 (Č6880) [4]

Kristali austenita izlučuju se iz litine i dalje rastu plivajući u litini. Pri tome se udio ugljika povećava od središta prema granicama zrna po zakonu krivulje solidusa. Masivni karbidni slojevi koji okružuju ova primarno nastala zrna austenita nastali su pri eutektičkoj temperaturi, koja na dijagramu na slici iznosi 1350°C. To znači da se ova mreža kariba jedino na toj temperaturi može toplinski raspasti. Zbog toga se ovi kod brzoreznih čelika karbidi mogu razbiti samo mehaničkim putem, dakle kovanjem ili valjanjem. Tijekom sekundarne kristalizacije unutar zrna primarnog austenita stvorit će se sekundarni karbidi. Pri eutektoidnoj temperaturi će se osiromašeni austenit raspasti u perlit. Udio karbida u mekožarenom brzoreznom čeliku može iznositi i do 30% ukupne mase[1].

O „osjetljivosti“ omjera legirajućih elemenata brzoreznih čelika može se zaključiti iz izotermičkog presjeka sustava Fe-W-C brzoreznog čelika. Ovo se može shvatiti samo kvalitativnim prikazom s obzirom na prisutnost drugih karbidotvoraca osim volframa. Zahtjevi na mikrostrukturu u tom stanju su 0,5 do 0,6% ugljika otopljenog u austenitu i pristutstvo karbida. Toliki udio ugljika otopljenog u austenitu potreban je kako bi se ostvarila maksimalna kaljivost čelika, a karbidi utječu na otpornost na trošenje.

Sastav dakle treba prilagoditi da se čelik nađe u polju A+K, jer sastav u bilo kojem drugom polju ne bi doveo do željenih svojstava brzoreznih čelika.



Slika 2.2. Izotermički presjek Fe-W-C sustava brzoreznog čelika [1]

Otpornost na popuštanje ovih čelika isključivo je vezana uz ponašanje martenzita. On mora biti dovoljno čvrsto vezivo česticama karbida i to ne samo na sobnoj temperaturi, nego i na radnim temperaturama. O martenzitu ovisi i žilavost brzoreznih čelika koja je po iznosu vrlo niska, tako da je svako poboljšanje poželjno. Treba postići i povoljan raspored legirajućih elemenata između karbida i matrice željeza (popušteni martenzit). Dugogodišnja istraživanja pokazala su kako je optimalno da sadržaj ugljika u popuštenom martenzitu bude 0,3-0,4% [1], a ostatak u karbidima. Vanadij, molibden i volfram trebali bi pretežno ostati u karbidima, a krom djelomično u karbidima i djelomično u popuštenom martenzitu. Kobalt bi trebao cijelim svojim udjelom ostati u željeznoj matrici. Udjeli elemenata ograničavaju se zbog njihova alfa-genog (W,Mo,V) ili gama-genog (Co) djelovanja. Time se sprečava nastajanje δ -ferita i preveliki udjeli zaostalog austenita. Određeni udio alfa-genih elemenata pridonijet će termostabilnosti brzoreznih čelika jer povisuje temperaturu eutektoidne pretvorbe.

U meko žarenoj mikrostrukтури brzoreznih čelika pojavljuju se karbidi sljedećih sastava i osnovnih karakteristika:

- $M_{23}C_6$ – karbid bogat kromom, koji može otopiti i malo željeza, volframa, molibdena i vanadija. Gotovo svi karbidi ovog sastava su eutektoidnog porijekla. To znači da se oni pri ugrijavanju čelika prvi i otapaju. Maksimalni udjel u mekožarenoj strukturi iznosi oko 8%. Ovakav tip karbida ne doprinosi značajno povećanju na trošenje. Glavna zadaća ove vrste karbida je da pri austenitizaciji osnovnoj matrici priskrbe određene udjele ugljika i kroma. To će nadalje doprinijeti zakaljenju i prokaljenju alata.
- M_6C – bogat volframom i molibdenom u njemu se može naći otopljeno i malo kroma, kobalta i vanadija. Dolazi u obliku dvostrukih karbida poput Fe_4W_2C ili Fe_4Mo_2C . Ovaj tip karbida po

porijeklu je pretežno sekundaran, a u meko žarenoj strukturi zauzima 16 do 18% volumena. Tvrdća ovih karbida iznosi oko 2000 HV0,05. Njihov dio koji nije otopljen pri austenitizaciji znatno pridonosi otpornosti na trošenje alata izrađenih od brzoreznog čelika.

- **MC** – pretežno su eutektičkog porijekla te su redovito među najkrupnijim karbidima. Gotovo se i ne daju otopiti toplinskim postupcima, nego samo razbiti mehaničkim putem. Usprkos svojoj vrlo visokoj tvrdoći od 3000 HV0,05 zbog veličine i rijetke raspoređenosti u matrici malo doprinose otpornosti na trošenje.
- **M₂C (bogat molibdenom i volframom), M₄C₃ (bogat vanadijem)**– ovi „karbidi popuštanja“ su čestice submikroskopskih veličina. Karakterizira ih vrlo visoka tvrdoća (do 3000 HV0,01) i vrlo jednolična dispergiranoost u matrici. Zbog svega toga oni i najviše doprinose otpornosti alata na trošenje.

Intenzivnost disocijacije karbida i otapanja njihovih sastojaka pri austenitizaciji ovisi o njihovoj vrsti, udjelu, porijeklu i veličini. Sve to nadalje bitno utječe na tvrdoću nakon popuštanja i na tvrdoću pri povišenim temperaturama. Žilavost alata smanjuje se povećanjem veličine karbida. Smanjenju najviše doprinose krupni i uglati karbidi.

Debljina karbidne obloge oko primarnih zrna nije jednolika po cijelom ingotu. Ona je tanja pri površini ingota, a deblja u njegovoj jezgri. Valjanjem u toplom stanju ta mreža se može razbiti, ali kao rezultat će ostati karbidne vrpce koje će biti grublje u središtu, a tanje pri rubu ingota. U nekim slučajevima valjanje nije praktično, zbog velikih dimenzija sirovca potrebnih da bi se ostvarila željena dimenzija. Zato se u pravilu poluproizvodi promjera većeg od 100 mm ne valjaju nego se kuju. Pokusi su pokazali da će te karbidne vrpce potpuno nestati tek nakon osmerostrukog prekrivnja, a u praksi se radi sigurnosti prekiva 10 puta. Za neke uporabe će zadovoljiti i čelik sa vrpčasto usmjerenim karbidima, kao naprimjer za tokarske noževe za grubu obradu. Karbidne vrpce su štetne kod svrdala, a smanjuju i trajnost alata za finu obradu.

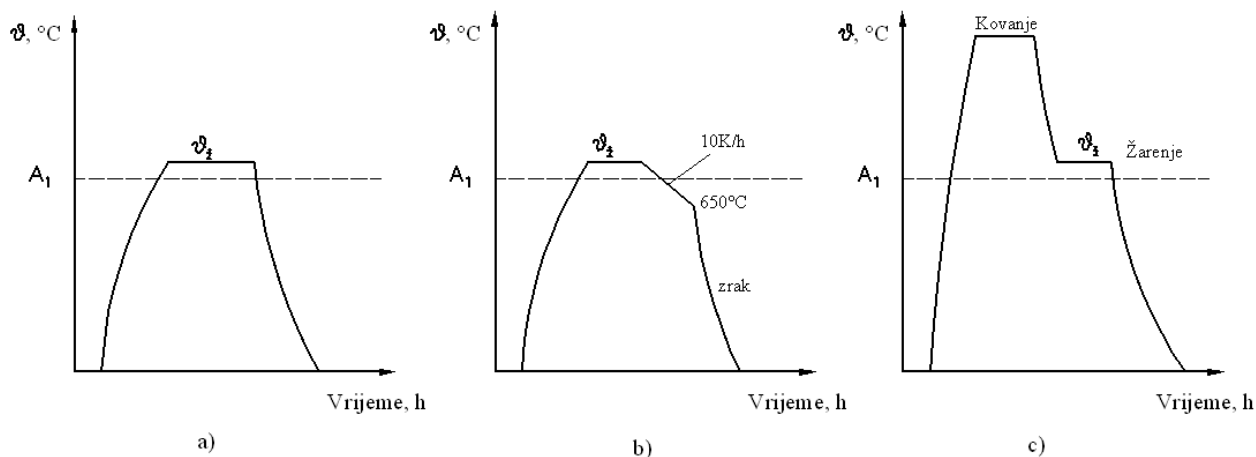
2.2. Toplinska obrada brzoreznih čelika

Pravilna toplinska obrada alatnog materijala za alat je jednako važna kao i sam odabir materijala alata. Čest je slučaj da alati izrađeni od najkvalitetnijih alatnih materijala ne ispunjavaju zahtjeve zbog lošeg odabira toplinske obrade. Toplinskoj obradi brzoreznih čelika mora se posvetiti posebna pozornost jer u njezinom provođenju često nastupaju poteškoće. Cilj toplinske obrade brzoreznih čelika je transformiranje mekožarene strukture koja se sastoji većinom od ferita i karbida u zakaljenu i popuštenu martenzitnu strukturu koja sadrži i karbide koji osiguravaju potrebna svojstva reznih alata.

2.2.1. Postupci žarenja

Meko žarenje (sferodizacija) brzoreznog čelika koristi se za poboljšanje obradljivosti odvajanjem čestica i priprema strukture za učinkovitije kaljenje. Tijekom ovog žarenja eventualno prisutni karbidi tipa M_2C postupno se pretvaraju u mekše karbide tipa M_6C . To znači da ovakvo žarenje nećemo provoditi na kaljenim i popuštenim čelicima. Ako je ipak potrebna neka obrada odvajanjem čestica na već popuštenom alatu, nećemo koristiti postupak mekog žarenja nego žarenje za raskaljivanje.

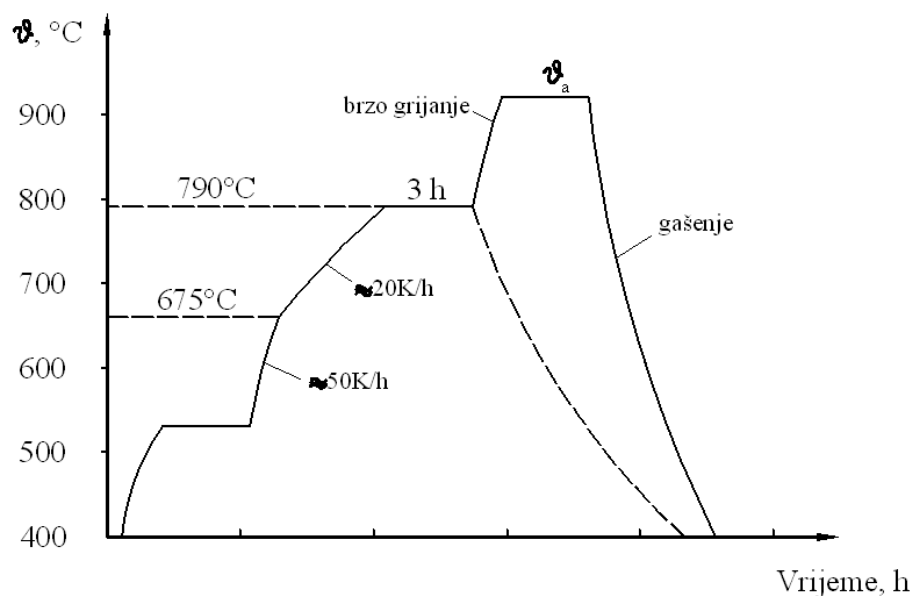
Režim hlađenja nakon mekog žarenja se regulira tako da se postigne tvrdoća od oko 300HB. Postignuta tvrdoća nikako ne bi smjela biti manja od 260HB. U takvom slučaju postići će se i slabija obradljivost odvajanjem česticama. Razlog tome je naljepljivanje odvojenih čestica („razmazivanje“) tako obrađenog čelika. On će se tako naljepljivati na alat kojim se obrađuje i time će se znatno smanjiti kvaliteta obrađene površine. Dijagrami tijeka tri takva postupka vide se na slici 2.3. U drugom dijagramu vidi se postupak sa diskontinuiranim hlađenjem. Tamo se alati ugrijavaju na temperaturu od oko 720°C do 750°C gdje se drže oko 4 sata. Nakon toga se hlade do 650°C brzinom hlađenja od 10K/h i tek nakon toga se hlade do sobne temperature u sredstvu brzine hlađenja približne onoj vode (30K/s). Mali otkovci kod kojih je kovanje završilo pri 900 do 920°C mogu se neposredno s te temperature hladiti do 750°C gdje će se držati 4 sata kako bi se postigla meko žarena struktura.



Slika 2.3. Postupci mekog žarenja:

- a) klasično meko žarenje
- b) diskontinuirano meko žarenje
- c) žarenje manjih otkovaka

Žarenje za raskaljivanje upotrebljava se umjesto mekog žarenja na već toplinski obrađenim brzoreznim čelicima zbog već spomenute transformacije karbida kao i zbog diskontinuiranog rasta zrna koje bi se pojavilo nakon ponovne austenitizacije jednom zakaljenog brzoreznog čelika. Diskontinuirano grubo zrno može se ukloniti jedino prekidanjem, a nikako toplinskom obradom. Još jedna greška koju bi ponovljena austenitizacija mogla uzrokovati u brzoreznom čeliku je „mramorni“ prelom, nazvan takvim zbog posebnog izgleda svježeg preloma. Uzrok toj pojavi je naglo otapanje vrlo sitnih karbida izlučenih oko martenzitnih iglica početkom druge austenitizacije i ponovno otopljenih na temperaturu oko 40K nižoj od temperature druge austenitizacije. Na slici 2.4. prikazan je dijagram postupka žarenja za raskaljivanje po Gill-u. Postupak nakon slijeda sporih ugrijavanja i držanja na temperaturi od 790°C može preuzeti dva smjera, ovisno o opsegu greške prethodnog kaljenja. Tako se u slučaju da je raskaljivanje potrebno samo za provođenje korekcijske obrade odvajanjem čestica provodi vrlo sporo hlađenje. Ako je uzrok potrebe za raskaljivanjem nepovoljna struktura kaljenja možemo provesti austenitizaciju i hlađenje neposredno sa temperature držanja.



Slika 2.4. Dijagram raskaljivanja postupka brzoreznih čelika po Gill-u [1]

2.2.2. Kaljenje brzoreznih čelika

Brzorezni čelici zbog vrlo visoke legiranosti imaju nizak koeficijent toplinske vodljivosti. Pošto su temperature austenitizacije iznimno visoke, a brzorezni čelici se austenitiziraju gotovo isključivo u solnim kupkama možemo zaključiti da će doći do vrlo intenzivnog toplinskog udara u slučaju uronjavanja hladnog alata u solnu kupku propisane temperature austenitizacije.

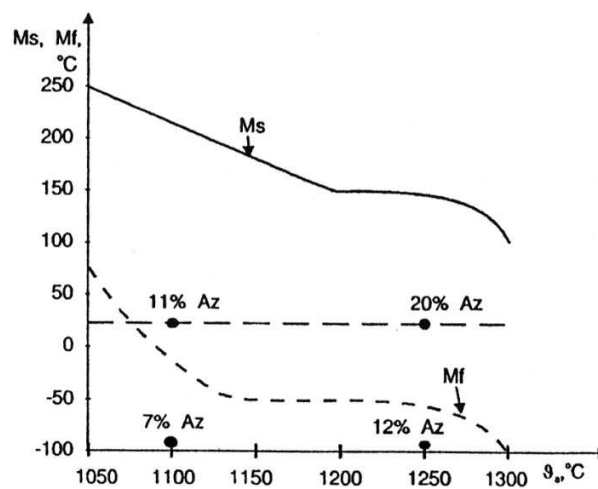
Zbog toga se brzorezni alati obavezno predgrijavaju i to dvostupno ili čak trostupno, i to pri 550, 850 i 1050°C. Tijekom drugog stupnja predgrijavanja (850°C) alat će bar dijelom prijeći u austenitnu strukturu, tako da će se dalje grijanje smjeti provoditi brže, a sljedeće držanje će biti kraće nego u slučaju prvog i drugog stupnja predgrijavanja. Tijekom viših stupnjeva predgrijavanja počinje otapanje karbida posebno onih oblika $M_{23}C_6$. U tablici 2-2 prikazan je sastav pojedinih faza koje se pojavljuju tijekom austenitizacije.

Tablica 2-2: *Kemijski sastav mikrostrukturnih uobičajenog brzoreznog čelika na polaznom stanju i na temperaturi austenitizacije [1]*

Naziv čelika	Približni sastav, %			
	C	Cr	W	V
Čelik - ukupno	0,75	4	18	1
Ferit, 20°C	-	2	<1,5	<0,5
Austenit, 1280°C	0,4 ... 0,5	4	7,5 ... 8,5	0,6 ... 0,8

U slučaju nedovoljno pouzdanih termoelemenata i regulatora temperature peći može se pojaviti djelomično rastaljivanje po granicama austenitnog zrna i ponovno stvaranje ledeburitne mikrostrukture.

Precizna regulacija temperature austenitizacije potrebna je i zbog njenog utjecaja na temperature M_s i M_f koji je prikazan dijagramom na slici 2.5.



Slika 2.5. *Utjecaj temperature austenitizacije na M_s i M_f temperature [1]*

Pošto treba postići udio zaostalog austenita na sobnoj temperaturi između 20 i 25% u slučaju čelika sa slike 2.5. preporučljiva je temperatura austenitizacije od 1250°C. Pri toj temperaturi austenitizacije M_s će biti oko 150°C, a temperatura M_f oko -50°C.

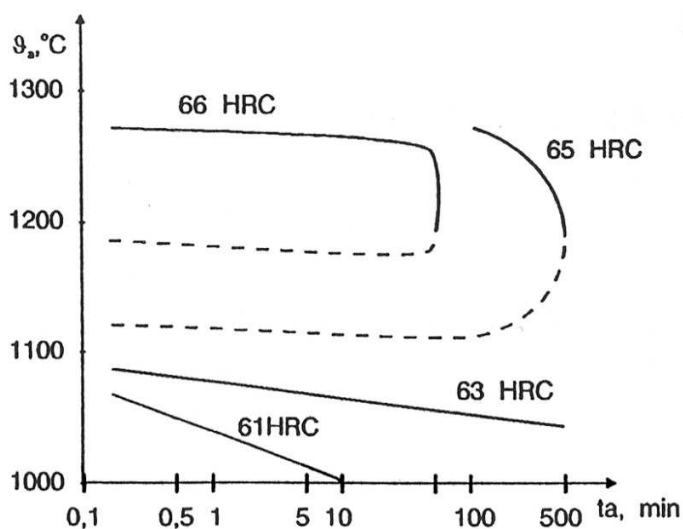
Austenitizacijom čelika treba disocirati oko 2/3 volumena svih karbida i njihove sastavne dijelove otopiti u austenitu [1]. Ti otopljeni sastojci će poslužiti za dobivanje povoljnih svojstava zakaljivosti, prokaljivosti kao i mehaničkih svojstava osnovne matrice. Neotopljeni ostatak volumena karbida doprinijeti će prvenstveno otpornosti alata na trošenje, ali će spriječiti i rast austenitnog zrna pri za obradu neizbježno visokim temperaturama austenitizacije.

Na temperaturi austenitizacije brzorezni čelici će se dakle sastojati od mikrostukturnih faza austenita (A), sekundarnih karbida (K'') i eutektičkih karbida (K^e) :



Pri tome će udio sekundarnih karbida u odnosu na početnu biti tim manji što će temperatura austenitizacije biti viša, dok će udjel eutektoidnih karbida ostat praktički jednak početnom.

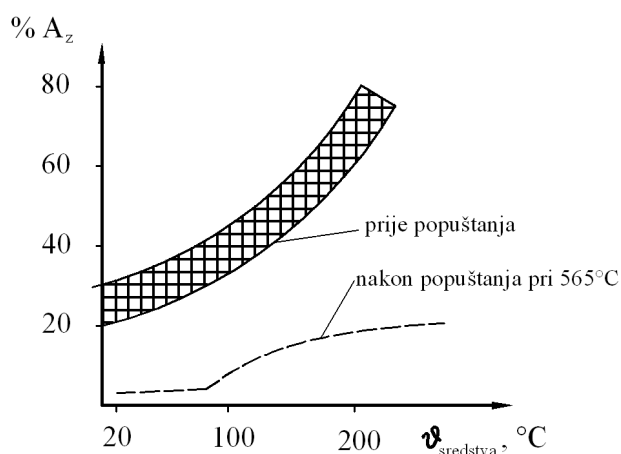
Tvrdoća nakon gašenja bit će ovisna i o vremenu držanja na temperaturi austenitizacije. Ta ovisnost prikazana je na dijagramu na slici 2.6. Na tom dijagramu u crtane su krivulje pomoću kojih će se dobiti jednake tvrdoće nakon gašenja. Iz tog dijagrama možemo zaključiti da će sniženje temperature austenitizacije značiti i značajno povećati potrebno vrijeme držanja kako bi se dobila jednaka tvrdoća.



Slika 2.6. Utjecaj temperatura i trajanja austenitizacije na krivulje konstantnih tvrdoća nakon gašenja [1]

Brzorezni čelici mogu biti hlađeni u zraku, ulju ili u otopini soli. Potrebne brzine gašenja variraju između 60 i 100 K/min [14]. Hlađenje na zraku se primjenjuje rjeđe zbog vjerojatnosti nepoželjnih reakcija između ostatka soli iz solne kupke u kojoj je čelik austenitiziran sa kisikom i vlagom iz zraka.

Gašenje u ulju uzrokovat će visoka toplinska naprezanja što će dovesti površinske slojeve alata u stanje vlačnih napetosti. Te napetosti će se smanjiti daljnjim popuštanjem, a umjerena vlačna napetost koja ostane poslužit će kao korisno prenaprezanje pošto u oštirci alata prevladavaju tlačna naprezanja u radu. Pošto je brzina hlađenja ovisna o temperaturi ulja, kod većih serija ona treba biti kontrolirana. Utjecaj temperature ulja na udio zaostalog austenita prikazan je na slici 2.7. Vidi se da bi u slučaju hlađenja čelika u ulju kojem je temperatura 200°C ostalo čak 80% zaostalog austenita. Ovako gašen čelik bi željenih 20% zaostalog austenita imao tek nakon popuštanja.



Slika 2.7. Utjecaj temperature sredstva za gašenje na udjele zaostalog austenita čelika S 6-5-2 (Č7680) [1]

Ponekad zaostala naprezanja nije moguće svesti na zadovoljavajuću mjeru samim popuštanjem. U tim slučajevima obradak unosimo u peć za popuštanje, i to prije nego mu se temperatura spustila ispod 65°C [13]. To je osobito važno kod velikih alata i alata složene geometrije kod kojih je česta pojava pukotina ako se dopusti da im se površina ohladi na prenisku temperaturu prije popuštanja.

Gašenje alata izrađenih od brzoreznih čelika promjera do maksimalno 75mm može se obavljati i u vakuumskim pećima. Takva obrada ima prednost nad solnim kupkama u vidu veće kontrole, upotrebe energije i sigurnosti po osoblje i okoliš. Također se smanjuje i distorzija alata.

Pojave pri ohlađivanju austenitiziranog brzoreznog čelika ovise o intenzivnosti ohlađivanja. Prevelika intenzivnost ohlađivanja smanjit će težnju austenita za izlučivanjem viška ugljika i legirajućih elemenata. To je zato jer se takvim izlučivanjem austenit neće dovesti u stanje dovoljne prezasićenosti te će nakon hlađenja ostati gotovo nepromijenjen u odnosu na početno stanje. Ako pak intenzivnost ohlađivanja ne bude dovoljna austenit će se dijelom razlegirati zbog izlučivanja legiranih elemenata koji se dalje spajaju u MC karbide. To će dovesti do sniženja M_s temperature što će uzrokovati forsiranje stvaranja martenzita po granicama zrna. To će izazvati povećanje tvrdoće ali i sniženje žilavosti kaljenog brzoreznog čelika. Zbog te pojave možemo zaključiti da kod brzoreznih čelika maksimalna postiziva tvrdoća ne bi smjela biti pokazatelj optimalne intenzivnosti gašenja, kao što je slučaj kod ostalih čelika. Visoke temperature austenitizacije uzrokuju povećanje stupnja legiranosti austenita što nadalje uzrokuje sniženje temperature M_s koje kod nekih parametara gašenja mogu pasti i na 150°C [1]. To uzrokuje visoki udio zaostalog austenita u strukturi gašenog brzoreznog čelika koji se kreće u rasponu od 20 do 40%.

Mikrostruktura brzoreznih čelika nakon gašenja sastojati će se od primarnog martenzita (M'), sekundarnih karbida (K''), eutektičkih karbida (K^e) i zaostalog austenita (A_z):

$$M' + K'' + K^e + A_z$$

Martempering je poseban slučaj kaljenja brzoreznih čelika. Kod ovakve obrade će se čelik nakon austenitizacije gasiti u toploj kupci kako bi se zadržao u području tromosti pothlađenog austenita (između 400 i 600°C). Obično se kupka drži na 520°C jer bi pri višim temperaturama moglo doći do izotermičkog izlučivanja karbida.

Iako pri tim temperaturama tople kupke nema opasnosti od izotermičke pretvorbe austenita u perlit odnosno bainit čak niti nakon nekoliko stotina sati držanja [1], alat treba izvaditi iz kupke i ohladiti na zraku čim su se izjednačile temperature površinskih slojeva i jezgre. Razlog tome je težnja austenita da se stabilizira tijekom svakog prekida tjeka gašenja, čime će se otežati njegova daljnja pretvorba.

2.2.3. Popuštanje

Uobičajeno se mikrostruktura brzoreznog čelika u kaljenom stanju sastoji od primarnog martenzita (M'), zaostalog austenita (A_z), sekundarnih karbida (K'') i eutektičkih karbida (K^e) u udjelima:

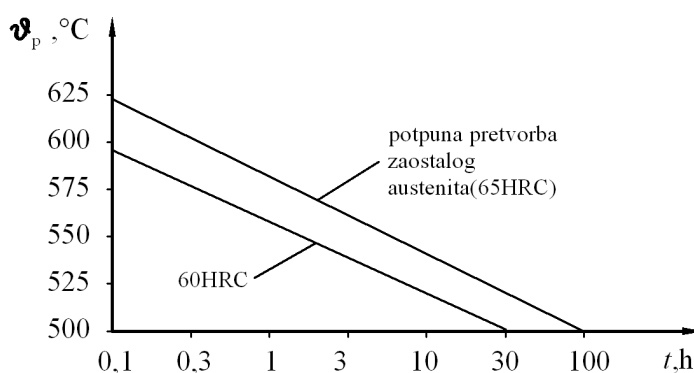
$$\underbrace{M'}_{50-70\%} + \underbrace{A_z}_{20-40\%} + \underbrace{K'' + K^e}_{\approx 10\%}$$

U tom je stanju čelik tvrd, pun napetosti, krhak i dimenzijski nestabilan. Kako bi se učinio tehnički primjenljivim za alate treba ga popuštat. Zbog pojačavanja učinka sekundarnog otvrdnuća popuštanje se provodi dva ili tri puta.

Tijekom držanja na temperaturi popuštanja iz austenita će se izlučiti karbidi popuštanja, čime će se ujedno sniziti stupanj legiranosti austenita. Kod ohlađivanja će se taj razlegirani austenit pri temperaturi M_s početi pretvarati u sekundarni martenzit. Ta pretvorba će se nastaviti sve do potpunog hlađenja, pa i daljim držanjem na sobnoj temperaturi procesom dozrijevanja. Pošto se nakon jednog popuštanja nije sav zaostali austenit transformirao, te novonastali sekundarni martenzit nije popušten vrši se bar još jedan ciklus popuštanja.

Na slici 2.8. prikazana ovisnost tvrdoće o temperaturi i trajanju popuštanja. Vidimo da je za istu tvrdoću moguće iskoristiti različite kombinacije temperature i trajanja popuštanja. Režimi popuštanja odabiru se tako da:

- u prvom popuštanju čelik postigne maksimalnu sekundarnu tvrdoću
- u drugom popuštanju (temperatura viša nego u prvom popuštanju) izazove potpunu pretvorbu zaostalog austenita u martenzit
- u trećem popuštanju (temperatura 30 do 40°C niža nego u drugom popuštanju) reducira napetost prethodnih popuštanja.



Slika 2.8. Ovisnost tvrdoće brzoreznog čelika Č6880 o temperaturi i trajanju popuštanja [1]

Redoslijed stadija popuštanja tipičan je za sve čelika koji imaju pojavu sekundarne tvrdoće, pa tako i za brzorezne čelike.

U prvom stadiju koji se odvija na temperaturama do 270°C uz $t_p=1h$ [1] počinje raspad primarnog martenzita izlučivanjem prelaznog karbida $Fe_{2,4}C$ i manjim sniženjem stupnja tetragonalnosti. Napetosti se u martenzitu relaksiraju, a udio ugljika snižava se na oko 0,25 %C. Volumen se u ovom stadiju smanjuje, a snižava se i tvrdoća za 2 do 6HRC.

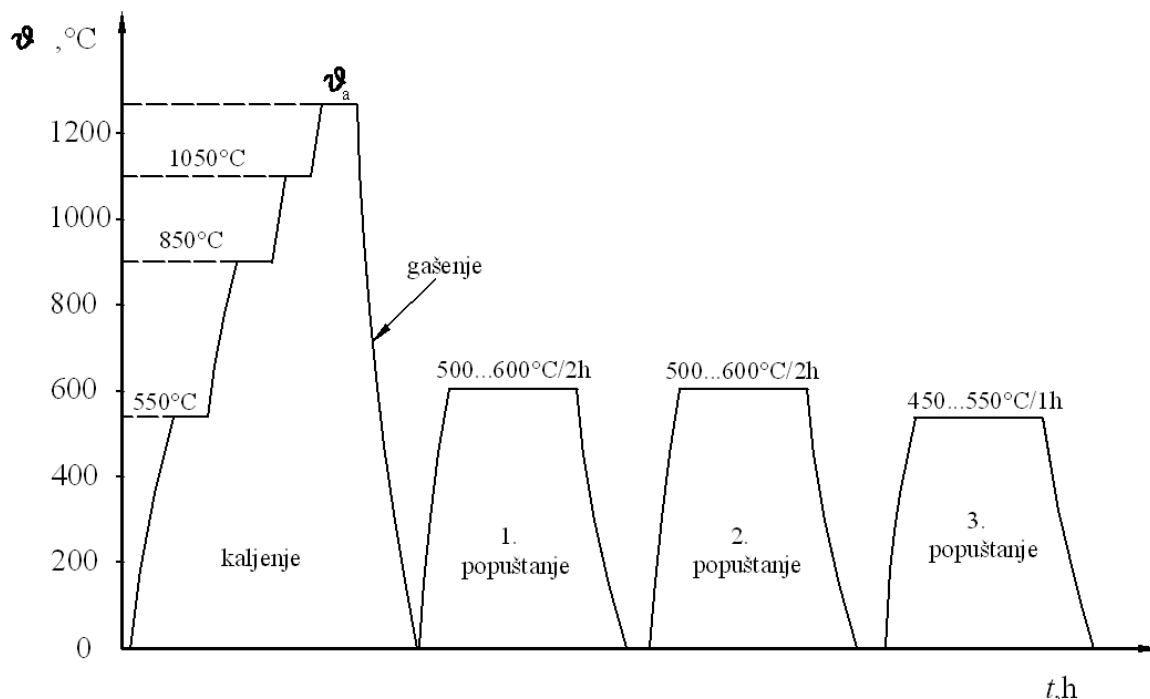
Drugi stadij popuštanja vrši se na temperaturama od 270°C do 450°C i također traje do 1h [1]. U ovom stadiju se sa zaostalim austenitom praktički ništa na događa. Razlog tome je njegova visoka

legiranost zbog čega je on inertan prema izlučivanju elemenata, uključujući i ugljika, što je nužan uvjet pretvorbe u neki drugi strukturni oblik. Tijekom ovog stadija se prelazni karbid ponovno otapa u martenzitu ili prelazi u oblik M_3C . Pri višim temperaturama ovog stadija i taj karbid će se početi otapati u martenzitu. Volumen će se i u ovom stadiju nastaviti smanjivati.

Treći stadij popuštanja brzoreznih čelika većim se dijelom preklapa sa drugim stadijem. To je najizraženije ako se ovaj stadij provodi na temperaturama od $300^{\circ}C$ do $400^{\circ}C$ u trajanju od 1h [1]. Razlog tome je pretvorba manjeg dijela austenita u drugu strukturu (izotermički bainit ili karbid prema drugim izvorima [1]), što se može shvatiti kao posljedica njegove stabilnosti ostale iz drugog stupnja. Povećanjem temperature (između 450 i $480^{\circ}C$) ovog stadija počinje intenzivno otapanje Fe_3C karbida u martenzitu, a iznad $480^{\circ}C$ pa sve do $600^{\circ}C$ prestaje izotermička pretvorba sekundarnog martenzita u bainit. Počinje i proces senzibilizacije još prisutnog zaostalog austenita izlučivanjem ugljika te legiranih elemenata, zbog čega će doći do precipitiranja karbida popuštanja. Destabilizacijom zaostalog austenita povišuje se temperatura početka stvaranja martenzita (M_s) i on postaje sposoban za pretvorbu u sekundarni martenzit, što se događa tijekom hlađenja sa temperature popuštanja. Pojava sekundarnog martenzita i izlučivanje karbida popuštanja uzrokuju sekundarno otvrdnuće alata. Za pravilan rad alata važno je da se ovaj stadij potpuno završi i da se na započne sljedeći stadij. U ovom stadiju za razliku od prijašnjih volumen raste.

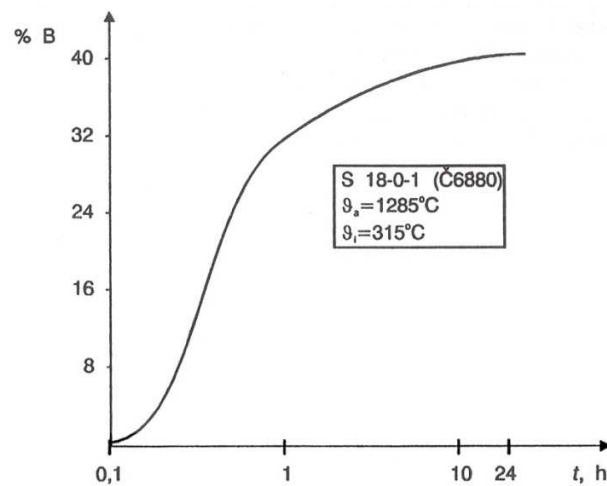
Četvrti stadij za sve brzorezne čelike počinje iznad $600^{\circ}C$ [1]. U tom stadiju nastaje velik broj koalesciranih čestica karbida tipa M_7C_3 , M_6C , M_3C . Ovaj stadij proteže se sve do temperature A_1 , blizu koje se struktura popuštenog martenzita sve više približava mekožarenoj strukturi specifičnog oblika nazvanog sferodit. Takvo popuštanje se primjenjuje umjesto mekog žarenja u slučaju alata kojem će se daljnjom obradom načiniti fina oštrica za precizno rezanje.

Iz gore opisanih procesa koji se odvijaju tijekom kaljenja i popuštanja brzoreznih čelika može se zaključiti da se kod brzoreznih čelici otvrdnuće odvija po dva mehanizma. Tako se tijekom kaljenja pojavljuje otvrdnuće mehanizmom nastanka martenzita, a sekundarno otvrdnuće pojavljuje se zbog nastanka sekundarnog martenzita i izlučivanja karbida popuštanja.



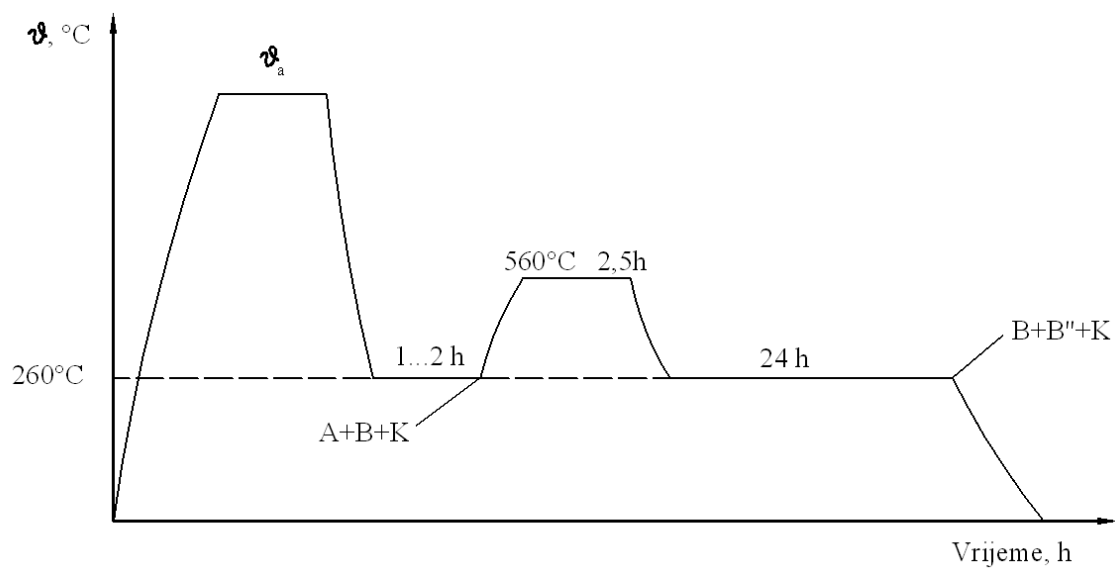
Slika 2.9. Dijagram postupka kaljenja i popuštanja brzoreznog čelika [1]

Bainitna obrada brzoreznih čelika vrši se zaustavljanjem gašenja sa temperature austenitizacije pri temperaturi od oko 260°C i držanjem na toj temperaturi tijekom pretvorbe bainita. Pretvorba počinje nakon 500 do 1000 sekundi držanja, ali odvijanje pretvorbe neće dalje teći kao kod većine drugih vrsta čelika. Razlog tome je stabiliziranje austenita koje počinje usporavati pretvorbu već oko jedan sat nakon njenog početka. Tijek takve pojave na primjeru čelika S 18-0-1 (Č6880) držanog izotermički pri 315°C tijekom 24 sata prikazan je na slici 2.10. Nakon ohlađivanja u tom primjeru dobilo bi se tek oko 40% bainita, a austenit bi se djelomično pretvorio u martenzit, a većim djelom bi zaostao. Takva se struktura nije pokazala pogodnom za rad reznih alata.



Slika 2.10. Krivulja izotermičke pretvorbe u bainit pri 315°C [1]

Kako bi se spriječili ovi neželjeni efekti potrebno ponovno destabilizirati austenit. To se vrši integriranjem jednog međupopuštanja u tijek izotermičkog držanja (slika 2.11.). Time će austenit ponovno težiti pretvorbi u martenzit i bainit.



Slika 2.11. Dijagram postupka bainitne obrade brzoreznog čelika [1]

A-austenit, B-bainit, B''-sekundarni bainit, K-karbidi

U odnosu na martenzitnu obradu, bainitnom obradom će se postići sljedeća svojstva [1]:

- niža tvrdoća pri 20°C,
- torzijska čvrstoća viša oko 10%
- torzijska udarna žilavost viša oko 120%
- zadržana dobra otpornost prema popuštanju
- zadržana dobra tvrdoća pri radnim temperaturama alata (500...600°C)
- poboljšanje ekonomske brzine rezanja u slučaju diskontinuiranog reza.

Osim potpune pretvorbe u bainit mogu se prekidanjem izoterme postići i druge strukturne smjese poželjnih svojstava. Ako se u tim slučajevima struktura sastoji i od martenzita, nakon hlađenja treba provesti i popuštanje.

2.2.4. Površinska obrada

Nitriranje brzoreznih čelika provodi se u struji amonijaka ili u cijanidnim solnim kupkama. Mogu se koristiti i postupci implantiranja iona dušika u brzorezne čelike. Provodi se tak nakon što je alat višestruko popušten i brušen. Pošto se nitriranjem u struji amonijaka dobivaju previše krhki slojevi najčešće se koristi postupak nitrokarburiranja u cijanidnim solnim kupkama. Jedan primjer takve obrade je TENIFER postupak. On se izvodi u kupci precizno reguliranog sastava pri 570 do 580°C kroz 5 do 20 minuta. Nakon toga vrši se ohlađivanje u ulju ili u zraku. Postignuti slojevi su debljina od 5 do 10µm i znatno veće žilavosti od slojeva dobivenih u struji amonijaka. Pošto su temperature ovog postupka razmjerno visoke (600 do 610°C) treba paziti da se zadnje popuštanje prije provođenja postupka vrši na temperaturi nešto višoj od same temperature postupka. Provođenjem ovih postupaka na brzoreznim čelicima neće doći do nastanka zone spojeva, već samo do sloja fino dispergiranih nitridnih čestica. Time će se postići izvanredna tvrdoća (1050 do 1200 HV0,01) u površinskom sloju, s time da se ta tvrdoća neće nimalo mijenjati bar do 625°C [1]. Time se dobiva odlična otpornost na trošenje reznih alata.

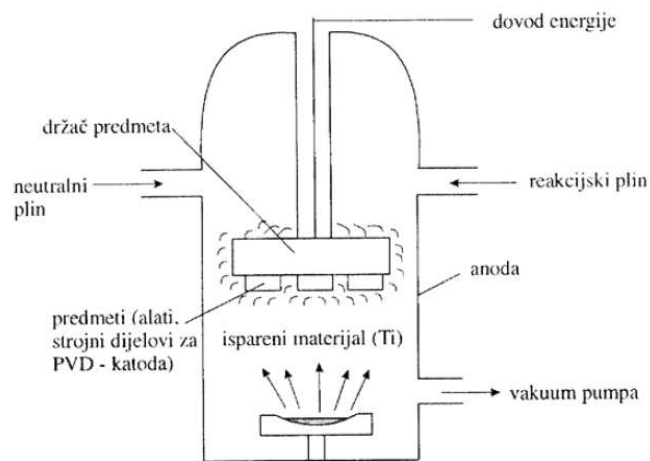
Tvrdo kromiranje je proces kojim se na površinu alata elektrolitičkim postupkom nanosi sloj kroma debljine 2,5 do 10µm. Oštrica ovako obrađenih alata ima niži koeficijent trenja od neobrađenih alata, tako da se u radu razvija manje topline. Ovakvim postupkom povećat će se otpornost na trošenje, ali zbog nižeg koeficijenta toplinskog rastezanja od čelika ne podnosi veće temperaturne oscilacije. Preporuča se za zatokarene alate, a posebno svrdla, razvrtala i odvalna glodala.

Oksidiranje površine brzoreznih alata mogu se dobiti povoljna svojstva, pod uvjetom da je proces kontroliran. Time će se na površini alata pojaviti sloj Fe₃O₄ oksida debljine od oko 10µm. Taj sloj je porozan, vrlo tvrd, otporan na trošenje i postojan na koroziju. Zahvaljujući poroznosti ovog sloja oštrice alata pokazuju samopodmazivajuća svojstva. Ovaj postupak provodi se pri 540°C kroz 20 minuta [13] u peći u kojoj je sav zrak istisnut vodenom parom.

Postupci prevlačenja brzoreznih čelika otpornim prevlakama zaostaju za postupcima prevlačenja karbidnih uložaka za približno 10 godina. Nagli porast upotrebe prevlaka na brzoreznim čelicima

uvjetovan je razvojem niskotemperaturnih postupaka fizikalnog prevlačenja iz parne faze (PVD, PACVD, PEPVD) koji su mnogo pogodniji za prevlačenje brzoreznih čelika od prije poznatih postupaka kemijskog prevlačenja iz parne faze. Kod tih postupaka isključena je i potreba za naknadnom toplinskom obradom koja je kod CVD postupaka bila neizbježna. Najčešće se koriste TiN prevlake, koje su se pokazale najizdržljivijima, iako se razvijaju i prevlake od drugih nitrida (HfN, ZrN) i karbida (TiC, ZrC, HfC). Od ovih prevlaka se očekuje da će im svojstva biti jednaka ili bolja od prevlaka titan nitrida.

Izrazito tvrd i tanak sloj titan nitrida karakteristične zlatne boje osigurava brzoreznom čeliku odličnu otpornost na trošenje, smanjuje trenje pa tako i grijanje alata te onemogućava naljepljivanje obrađivanog materijala na alat. Uz sve to poboljšava se i stanje površine alata.



a)



b)

Slika 2.12. PVD postupak

a) Shema uređaja za PVD postupak,

b) Primjeri alata presvučenih PVD postupkom

2.3. Metalurgija praha u proizvodnji brzoreznih čelika

Metalurgija praha je tehnološki postupak pomoću kojeg se čvrsta metalna tijela proizvode sjedinjavanjem čestica praha jednog ili više metala. Ovakva obrada koristila se za dobivanje metalnih materijal i prije pojave peći za taljenje. Najstariji alati proizvedeni ovim postupkom sežu iz razdoblja 3000 godina prije Krista [15]. Pošto tada ljudi nisu posjedovali tehnologiju za razvijanje dovoljno velike temperature za taljenje sirovca, vatru su koristili samo za reduciranje kisika iz rude. Nakon toga su se iz sirovine rukom izdvajali šljaka i nečistoće. Time se dobio zrnati materijal koji se daljnjim kovanjem kompaktirao u cjelinu. Zbog kompliciranosti procesa i slabijih svojstava dobivenog materijala ovaj postupak je zanemaren nakon pojave peći za taljenje metalne rude. Postupak je preživio u području obrade plemenitih metala. Razlog tome je njihovo niže talište i otpornost oksidacije zrnaca zbog bega njihovo sraščivanje bilo olakšano u odnosu na reaktivne metale.

Postupak je ponovno zaživio početkom 20. stoljeća, prvenstveno kao materijal za izradu žarećih niti za žarulje. Do početka drugog svjetskog rata materijali dobiveni metalurgijom praha bili su usko povezani sa razvojem elektrotehnike i uvođenjem električne struje u svakodnevnu uporabu. Primjeri su zavojnice izrađene od željeznog praška korišteni u radio uređajem i permanentni magneti kod istosmjernih električnih motora. Sljedeći značajan korak učinjen je tokom drugog svjetskog rata, gdje se sinterirano željezo impregnirano parafinom koristilo za proizvodnju vodećih prstena artiljerijskih projektila. Tu je otkrivena pogodnost sinteriranih materijala u proizvodnji kliznih ležaja, što duguju svojoj urođenoj poroznosti, koja im omogućuje impregniranje mazivim sredstvima. Zbog toga je moguće proizvesti samopodmazujuće materijale. To svojstvo je naveliko iskorišteno u napredujućoj automobilske industriji. Daljnji napreci u metalurgiji praha i njegova komercijalna uporaba usko su vezani uz razvoj automobilske industrije.

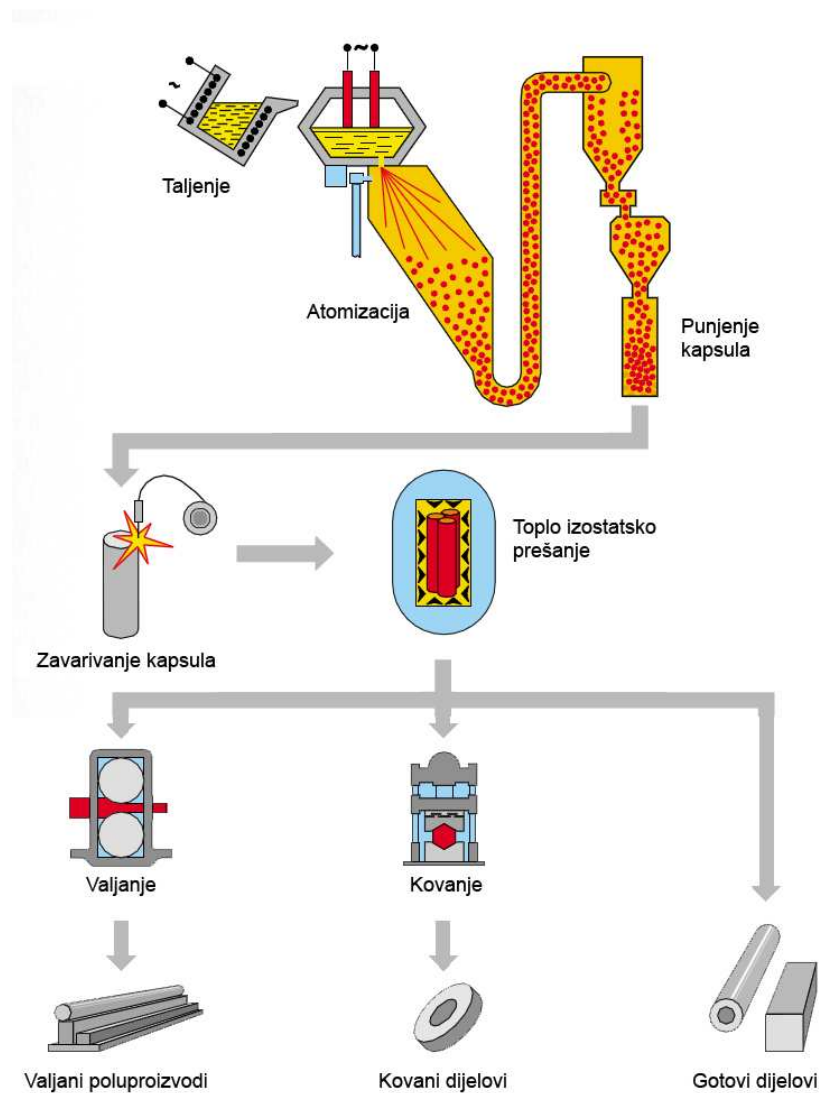
Komercijalna uporaba materijala dobivenih metalurgijom praha u današnje doba seže od visoko poroznih metalnih filtara i samopodmazujućih kliznih ležajeva pa sve do potpuno kompaktnih kovanih dijelova. Na automobilske industrije još uvijek otpada 50-60% proizvodnje praškastih metala.

Upravo takvi kompaktni materijali dobiveni ovom tehnologijom su posebno zanimljivi, jer možemo dobiti puno veći spektar kemijskih sastava od onih dobivenih konvencionalnim legiranjem. Razlog tome je to što su konvencionalno legirani metali podložni nekim termodinamičkim pravilima koje se ne odnose na praškaste materijale. Tu se prvenstveno misli na pravilo faza koje određuje raspored tekućih i čvrstih faza koje mogu postojati za određeni sastav legure. Još jedan nedostatak konvencionalnih tehnologija je u potrebi potpunog taljenja konstituenata legure zbog čega se oni izlažu nepoželjnim kemijskim i termalnim promjenama, a mogućnost onečišćenja tijekom postupka je pri tom znatno veća. Ta se prednost ne može u potpunosti primijeniti na jako reaktivne materijale poput aluminija ili olova čija se zrnca moraju prije postupka prevući privremenom zaštitnom prevlakom.

Sam postupak dobivanja kompaktnih materijala metalurgijom praha sastoji se od više faza. Prvo se materijal dovodi u praškasti oblik. To se dobiva procesima atomizacije, koji postoji u više varijanti. Jedan primjer je puštanje rastaljenog metala da teče kroz jednu sapnicu, na kraju koje se hladi mlazom vode ili plinom pod velikim pritiskom. To će rezultirati otkidanjem mlaza u jako sitne kapljice koje se odmah ohlade i očvrstnu.

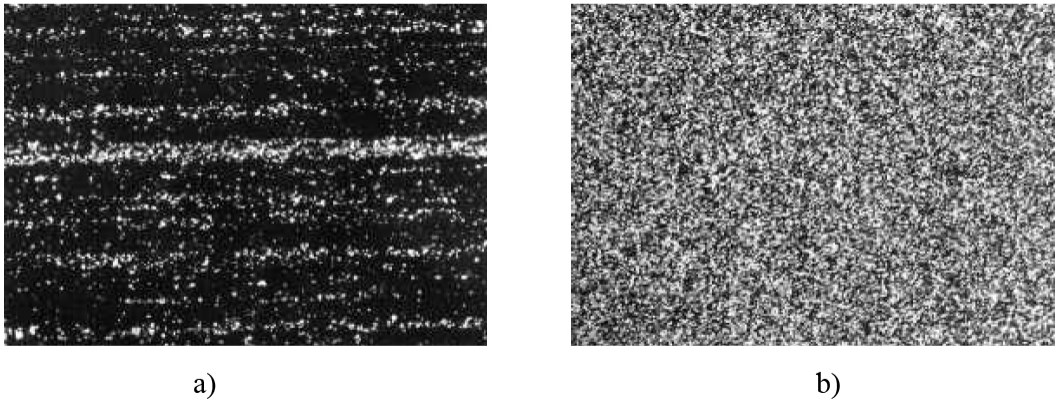
Nakon atomizacije dobiveni prašak se puni u kapsule, koje se dalje navaruju jedna na drugu. Zatim se tako dobivene šipke unosit u peći u kojima se istovremeno prešaju i izlažu visokoj temperaturi. Time će se postignuti potpuna gustoća materijala.

U pećima se tako mogu dobiti gotovi proizvodi već definirana oblika, ili se mogu dobiti poluproizvodi koji se dalje valjaju ili kuju. Shematski prikaz jednog ovakvog procesa prikazan je na slici 2.13.



Slika 2.13. Postupak dobivanja praškastih materijala [22]

Zbog veće fleksibilnosti postupka kao i predvidljivosti njegova tijeka, moguće je “konstruirati” svojstva praškastih materijala. Baš iz tog razloga je omogućeno dobivanje samopodmazujućih svojstava, a moguće je modificirati i ostala svojstva materijala poput njegova magnetskog ponašanja ili mehaničkih svojstava. Moguće je proizvesti i izrazito tvrde metale koristeći zrnaca intermetalnih spojeva. Tako možemo dobiti svojevrsne metalne kompozite koji se koriste kod alata za obradu odvajanjem čestica. Na slici 2.14. je tako prikazana usporedba rasporeda karbida kod konvencionalno dobivenih čelika i onih dobivenih metalurgijom praha.



Slika 2.14. *Usporedba mikrostruktura:*

a) konvencionalno dobivenog čelika

b) Čelika dobivenog metalurgijom praha

2.4. Posebnosti kemijskog sastav i toplinske obrade Böhler S390 Microclean® brzoreznog čelika

Böhler S390 Microclean® predstavlja sam vrh ponude brzoreznih čelika austrijske tvrtke Böhler-Uddeholm AG. Ovaj čelik dobiven metalurgijom praha odlikuje se viskom žilavosti i izrazitom otpornošću trošenju, tvrdoćom pri povišenim temperaturama i otpornošću pri povišenom pritisku. Koristi se za visokoučinske alate za obradu skidanjem strugotina, i to pri najtežim režimima rada, te za obradu legura nikla i titana.

Postupak dobivanja ovog čelika omogućio je dobivanje izrazito homogenog materijala bez kristalnih segregacija. Ovaj metal izrađen je od praha najviše čistoće i strogo kontrolirane granulacije. Zbog toga će se dobiti brzorezni čelik praktički izotropnih svojstava. Kemijski sastav Böhler S390 Microclean® čelika prikazan je u tablici 2-3.

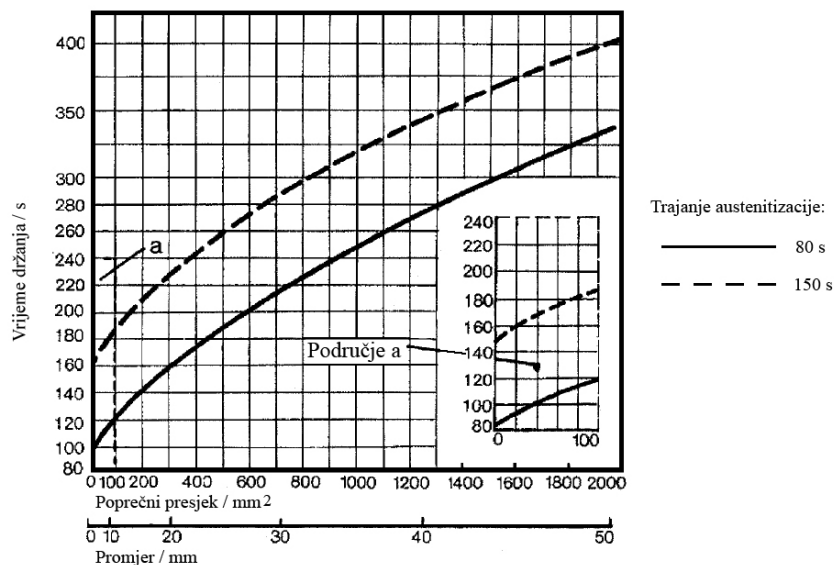
Tablica 2-3: Sastav Böhler S390 Microclean® čelika [20]

Sastav %					
C	Cr	Mo	V	W	Co
1,60	4,80	2,00	5,00	10,50	8,00

Proizvođač daje sljedeće upute za provođenje toplinske obrade na ovom čeliku [20]:

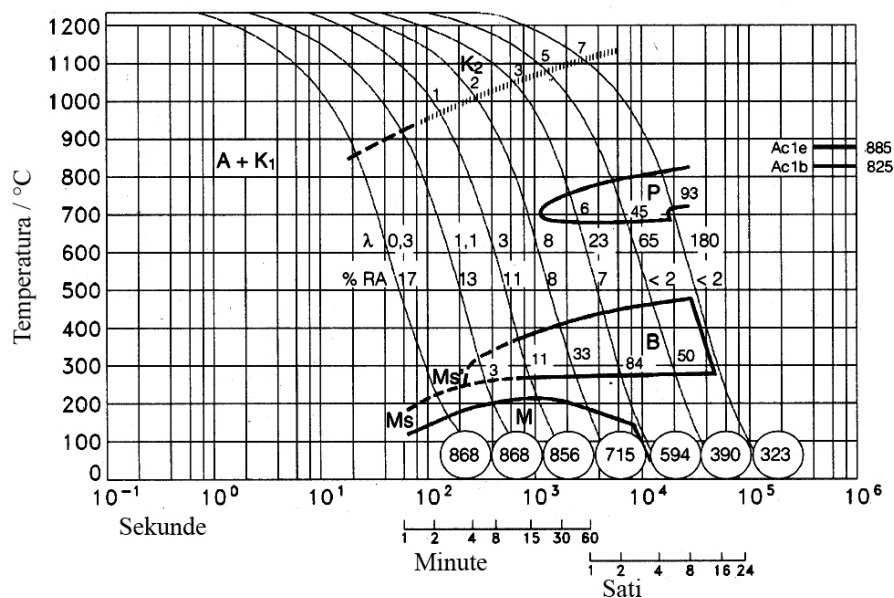
1. Za dijelove komplicirane geometrije se prije kaljenja preporuča provođenje žarenja za uklanjanje zaostalih naprezanja. Ono se provodi na temperaturama od 600 do 650°C. Na toj temperaturi obradak se drži 1 do 2 sata nakon čega se sporo hladi.
2. Temperature austenitizacije kreću se od 1150 do 1230°C. Više temperature koriste se za dijelove jednostavnijih oblika, a niže za one kompliciranijih oblika. Niže temperature se koriste i kada se obrađuju alati za hladni rad, kako bi se ostvarila viša žilavost. Predgrijavanje se treba provoditi u tri stupnja.
3. Minimalno vrijeme držanja na temperaturi austenitizacije nakon što se cijeli dio progrijao je 80 sekundi. Tako se osigurava otapanje dovoljnog broja karbida. Vrijeme držanja ipak ne bi smjelo prelaziti 150 sekundi. Ugrijavanje se može provoditi i u vakuumskoj peći kao i u solnoj kupci.

Ukupno vrijeme držanja u solnoj kupci može se odrediti i iz dijagrama na slici 2.15. , koji uzima u obzir temperaturu same solne kupke i poprečni presjek obrađivanog alata.



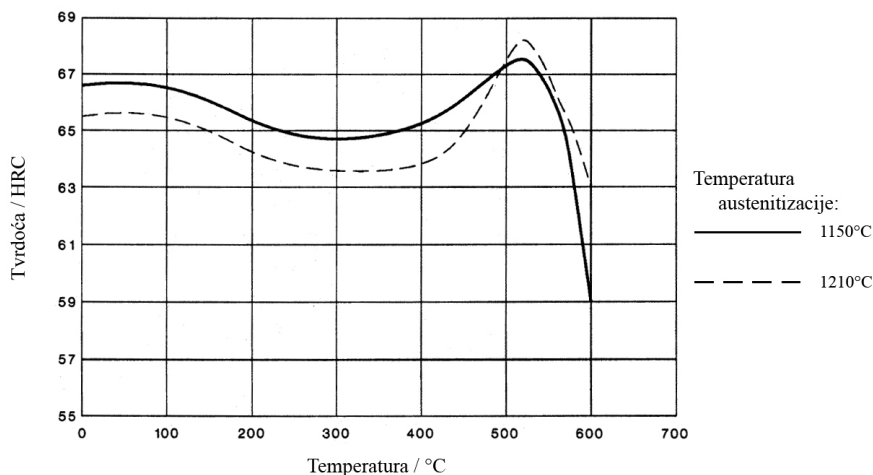
Slika 2.15. Potrebno vrijeme držanja u solnoj kupci [20]

4. Hlađenje se može provoditi u ulju, solnoj kupci i u vakuumu. Moguće je i hlađenje na zraku, ali to se treba uzeti sa rezervom zbog mogućnosti oksidacije površine. TTT-dijagram prikazan je na slici 2.16.



Slika 2.16. TTT dijagram čelika Böhler S390 Microclean® [20]

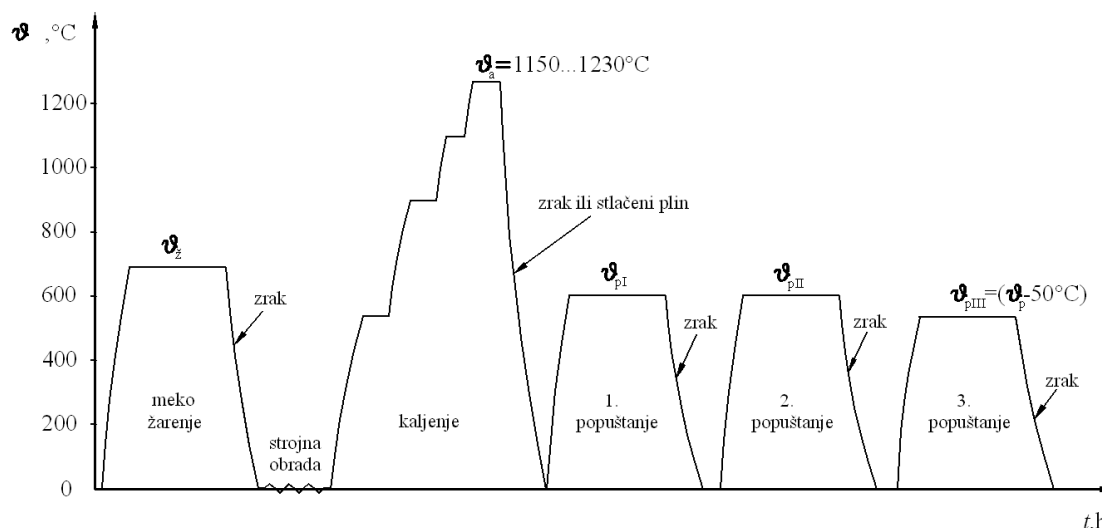
5. Popuštanje se provodi u tri ciklusa. U prvom i drugom popušta se na očekivanoj radnoj temperaturi alata, a treći put za uklanjanje zaostalih napetosti. Krivulje popuštanja za dvije temperature austenitizacije prikazane su na slici 2.17. Treće popuštanje provodi se 30 do 50°C ispod najveće temperature popuštanja.



Slika 2.17. Krivulja popuštanja Böhler S390 Microclean® čelika [20]

6. Ugrijavanja do temperatura popuštanja mora se provoditi vrlo sporo. Pravilo je da se ugrijava 1 sat za svakih 20 mm presjeka ukoliko je obradak veći od 40 mm, u suprotnom mora trajati bar 2 sata. Minimalno vrijeme držanja na temperaturi popuštanja je 1 sat, nakon gega se hladi na zraku.

Tijek postupka toplinske obrade brzoreznog čelika Böhler S390 Microclean® po gore navedenim preporukama prikazan je na slici 2.18.

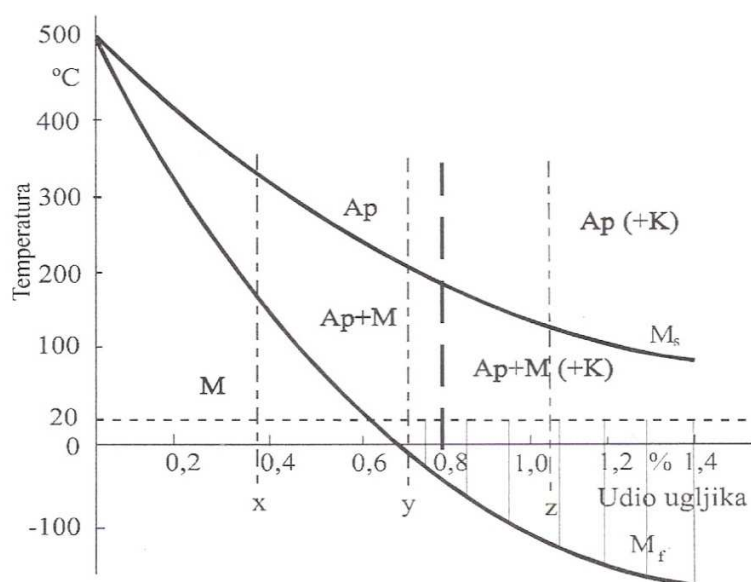


Slika 2.18. Dijagram toplinske obrade čelika Böhler S390 Microclean®

3. DUBOKO HLAĐENJE BRZOREZNIH ČELIKA

3.1. Ciljevi primjene dubokog hlađenja

Duboko hlađenje je jedini postupak kojim možemo dobiti strukturu koja se sastoji od 100% martenzita. Kod ostalih postupaka toplinske obrade ti udjeli su bliži 90% [5]. Razlog tome je pretvorba zaostalog austenita u martenzit. Kod čelika sa višim udjelom ugljika gašenjem do sobne temperature ne prelazimo krivulju M_f pa je kod takvih čelika duboko hlađenje neophodno kako bismo dobili željeni udio martenzita, kao što je vidljivo na Uptonovu dijagramu na slici 3.1. Tamo se vidi da kod udjela većih od 0,6% ugljika krivulja M_f ne završava na sobnoj temperaturi.



Slika 3.1. Uptonov dijagram [2]

Duboko hlađenje će također uzrokovati kristalografske i mikrostrukturne promjene koje će dovesti do izlučivanja fino disperziranih mikro-karbida tijekom grijanja, kao i nakon popuštanja. Izlučivanje mikro-karbida dovesti će do povećanja žilavosti kao i do veće otpornosti na trošenje. Također se pojačava veza između postojećih karbida.

Dubokim hlađenjem također možemo ukloniti zaostala naprezanja koja su nastala tijekom obrade dijela bez obzira na njihov uzrok. Time ostvarujemo veću dimenzijsku stabilnost i produžujemo životni vijek proizvoda.

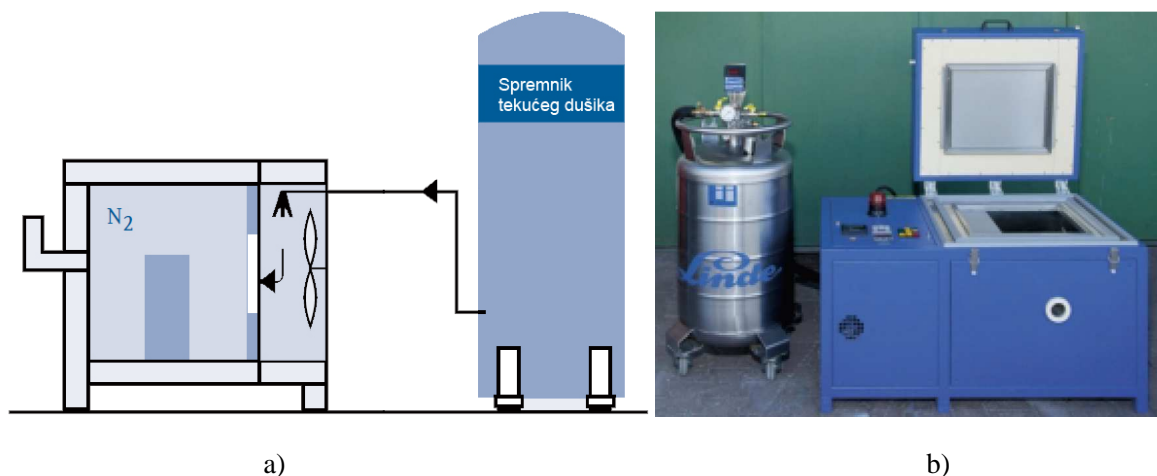
3.2. Provedba postupka dubokog hlađenja

Utjecaj dubokog hlađenja na svojstva obrađivanog materijala ovisi o brojnim faktorima. Tu su uključeni faktori koji se tiču procesa poput trajanja obrade, temperaturne krivulje i broja ponavljanja, kao i faktori koji se tiču samog materijala koji se obrađuje poput prethodne toplinske obrade i njegova sastava.

Iz istraživanja spomenutih u prethodnom poglavlju možemo zaključiti da čelici moraju biti kaljeni korištenjem najniže moguće temperature austenitizacije. Time će se ostvariti mikrostruktura koja će nakon postupka dubokog hlađenja rezultirati najpovoljnijim svojstvima. Tu se prvenstveno misli na žilavost i otpornost na trošenje.

Kod čelika je temperatura procesa između -70°C i -120°C [1], što je ispod M_f temperature većine čelika. Hlađenje se mora provoditi sporo, brzinom od $2,5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ do $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ [6]. Kod dijelova sa većim poprečnim presjecima poželjno je ohlađivanje do neke temperature između sobne i temperature postupka i držanja na toj temperaturi prije nastavka procesa. Time se postiže ravnomjernija raspodjela temperature između jezgre i površine takvog dijela, što značajno smanjuje mogućnost pucanja dijelova. Trajanje postupka za dijelove normalne debljine otprilike je jedan sat za 25mm presjeka materijala [9]. U komoru se mogu rasporediti dijelovi različitih presjeka, ali se pri tome mora paziti da je trajanje procesa prilagođeno dijelovima sa najvećim presjecima. Nakon što je temperatura ravnomjerno raspoređena po cijelom presjeku ne očekuju se daljnje mikrostrukturne promjene.

Hlađenje može biti ostvareno na razne načine. Tekući dušik može biti korišten za direktno hlađenje dijelova ili hladi zrak ili alkohol koji zatim služe kao sredstva za hlađenje. Kod direktnog hlađenja najčešće se koristi sustav sa atomizirajućim mlaznicama. Pomoću njih se tekući dušik pretvara u vrlo hladan plin koji hladi dijelove. Na dijelove smije utjecati samo hladni plin, a nikako fino raspršene kapljice tekućeg dušika. U tom slučaju bi došlo do stvaranja nehomogenosti po površini obratka. Ovakav način ohlađivanja je najefikasniji način ostvarivanja temperatura nižih od -150°C .



Slika 3.2. Direktno hlađenje [23]

a) shematski prikaz uređaja,

b) fotografija uređaja

Najrasprostranjeniji primjer indirektnog hlađenja su zamrzivači koje srećemo u svakom kućanstvu. Oni koriste mehaničke elemente kako bi kroz cikluse kompresiranja-ekspandiranja ohladili rashladni plin koji je tijekom procesa zatvoren u sustavu. Taj plin nadalje preko sustava cijevi hladi zrak koji zatim služi kao sredstvo za hlađenje. Na sličan način može se hladiti i sredstvo za hlađenje kod postupka dubokog ohlađivanja. Razlika je u tome da se rashladni plin ne izlaže mehaničkim ciklusima, nego se koristi samo endotermne reakcije dobivene isparavanjem tekućeg dušika ili sublimacijom ugljikova dioksida. Sredstvo za hlađenje je najčešće zrak, ali mogu se koristiti i alkoholi, zbog njihove jako niske temperature tališta. Temperature ostvarive indirektnim hlađenjem ne prelaze -120°C , a kod korištenja čvrstog dušikova dioksida (suhi led) niti -70°C .



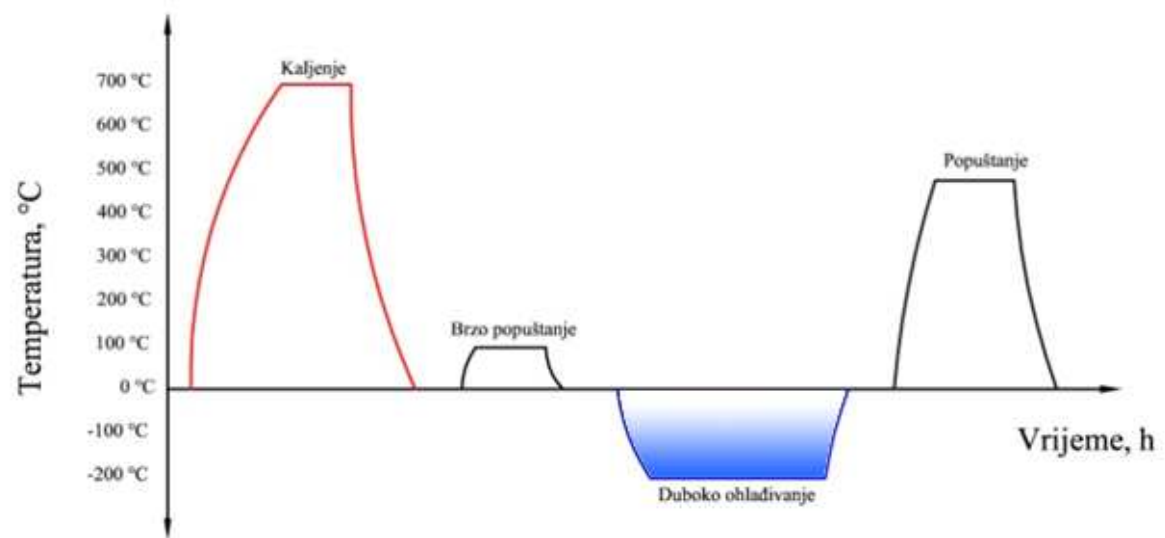
Slika 3.3. *Indirektno hlađenje* [24]

Spremnici tekućeg dušika imaju dvostruke stijenke. Unutarnja načinjena od nehrđajućeg čelika otpornog na niske temperature i vanjska od standardnog konstrukcijskog čelika. Međuprostor je ispunjen izolirajućim materijalima. U spremniku tekući dušik isparava, što dovodi do povećanja tlaka u spremniku. Dušik u plinovitom stanju diže se do vrha spremnika i vrši pritisak na tekući dušik na dnu spremnika. Taj tlak se nadalje iskorištava za pokretanje tekućeg dušika kroz cijevi, tako da nema potrebe za ugradnju mehaničke pumpe. povećanjem tlaka povećava se i temperatura tekućeg dušika, tako da se tlak mora održavati na najmanjoj praktičnoj vrijednosti. Za održavanje tlaka na određenoj vrijednosti koristi se pretlačni ventili. Za kontrolirano pražnjenje spremnika u slučaju naglih povećanja tlakova, primjerice u slučaju požara koriste se sigurnosni ventili.

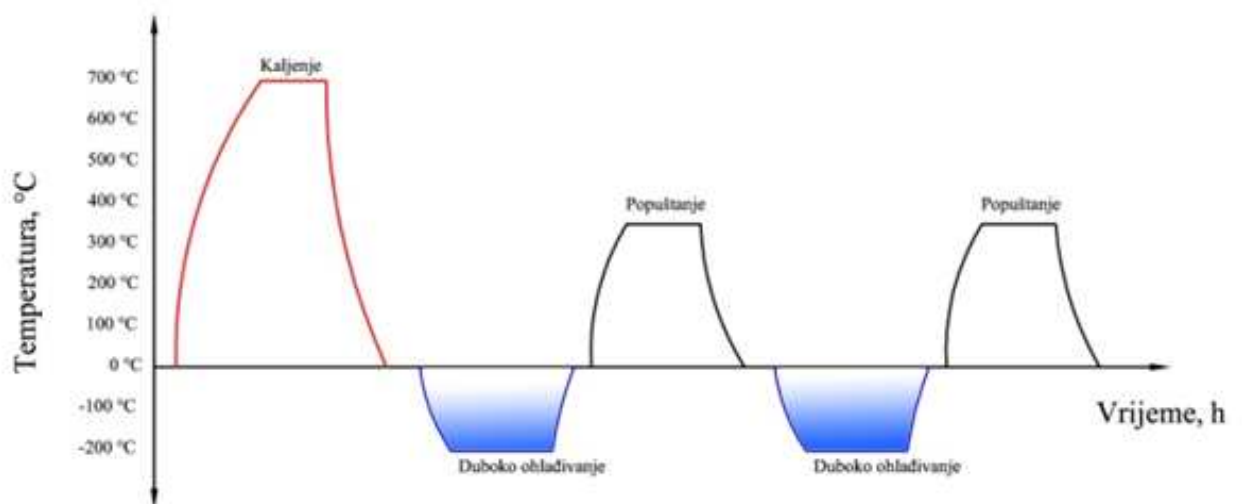
Nakon što je temperatura ravnomjerno raspoređena po cijelom presjeku ne očekuju se daljnje mikrosturkturane promjene. Materijali se nakon toga kontrolirano vraćaju na sobnu temperaturu. Preporučena brzina procesa grijanja je $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ [19]. Kako bi se trajanje tog grijanja smanjilo može se koristiti ventilator koji će povećati cirkulacija zraka oko šarže.

Kako bi se postigao maksimalan postotak transformacije austenita u martenzit, duboko hlađenje bi se trebalo provesti nakon kaljenja, a prije popuštanja. Razlog tome je stabilizacijski efekt popuštanja na zaostali austenit, koji smanjuje njegovu mogućnost transformacije u martenzit. Ovakav tijek procesa nije povoljan za sve legure. Problem može nastati kod nastanka martenzita prezasićenog ugljikom. On je vrlo nestabilan i krhak. Zbog toga se mnogi visoko legirani čelici prije dubokog hlađenja kratko popuste na 100°C čime se sprečava nastanak pukotina i unutarnjih napetosti. Nakon toga slijedi duboko hlađenje i popuštanje na temperaturu propisanu za taj čelik. Dijagram jednoga takvog procesa vidi se na slici 3.4.

Kada je potrebna visoka dimenzijska postojanost postupak se provodi u više ciklusa koji sadržavaju duboko ohlađivanje i popuštanje. Time se ostvaruje najveća stabilnost mikrostruktura. Zadnji korak ovakve obrade uvijek mora biti popuštanje kako bi i martenzit formiran u prethodnom koraku dubokog hlađenja bio popušten.



a)



b)

Slika 3.4. Dijagrami tijekom postupka dubokog hlađenja: a) kod pojave prezasićenog martenzita, b) sa svrhom ostvarivanja najveće dimenzijske postojanosti

3.3. Utjecaj dubokog hlađenja na mikrostrukturu i svojstva brzoreznih čelika

O utjecaju dubokog hlađenja na mehanička svojstva brzoreznih čelika objavljeno je već nekoliko znanstvenih radova. U istraživanjima objavljenima u njima uočeno je da duboko hlađenje osim transformiranja zaostalog austenita u martenzit mijenja i morfologiju martenzita te izlučivanje mikrokarbida. Ove promjene garantiraju dodatno poboljšanje svojstava u odnosu na konvencionalnu toplinsku obradu ovih čelika.

3.3.1. Promjene mikrostrukture dubokim hlađenjem

U znanstvenom radu [9] ispitan je utjecaj dubokog hlađenja na svojstva brzoreznog čelika W6Mo5CV2. Duboko hlađenje integrirano je toplinsku obradu čelika uz različita trajanja postupka, broj ciklusa i kombinaciju sa ostalim fazama toplinske obrade. Nakon toplinskih obrada uspoređene su mikrostrukture uzoraka dobivene pomoću transmisijski elektronskog mikroskopa.

U kaljenom stanju struktura se sastoji od igličastog martenzita i zaostalog austenita. Nije uočeno postojanje intermetalnih spojeva niti značajan broj dislokacija. Popuštanjem samo kaljenog čelika povećao se broj poremećaja kristalne rešetke uzrokovan raspadanjem martenzita tijekom procesa popuštanja. To se očituje većim brojem tamnih linija u martenzitu. Primijećena je i pojava sitnih disperziranih karbida.

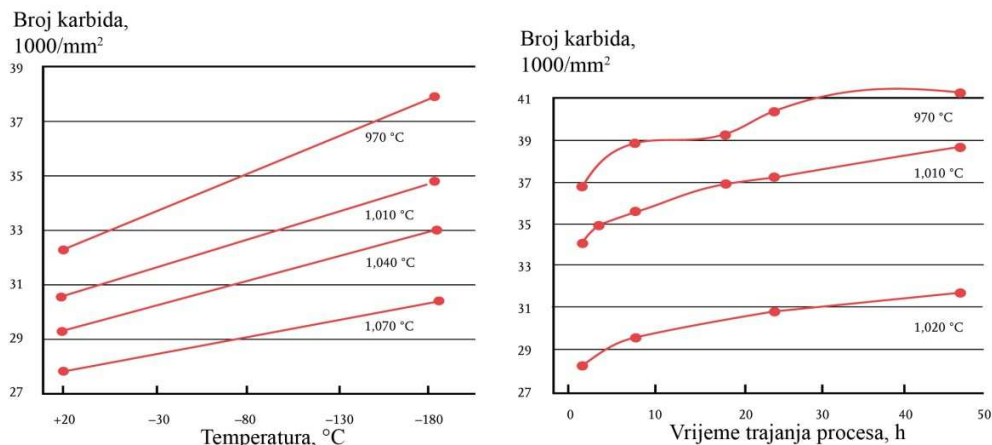
Nakon kaljenja u strukturi brzoreznog čelika prisutno je oko 25% zaostalog austenita. Veći udio transformacije zaostalog austenita u martenzit ostvarit će se niskotemperaturnim postupcima između 0°C i -80°C nego postupcima u rasponu temperatura od -80°C do -196°C. Tako će nakon postupka u rasponu od 0°C do -80°C u mikrostrukturi ostati samo oko 1,5% zaostalog austenita [9].

Kod uzorka koji je nakon kaljenja 24 sata izložen temperaturi od -196°C zaostali austenit se transformirao u martenzit, a povećano je i prisutstvo dislokacija rešetke. Pri većem povećanju vidi se i da se dio martenzita raspao što je uzrokovalo precipitiranje većeg broja mikrokarbida.

Ako se nakon kaljenja i dubokog ohlađivanja provedu tri postupka popuštanja na 560°C linije igličastog martenzita postat će izraženije, njegova zrna su kompaktnija, a njihov raspored je uredniji. Veličina precipitiranih karbida nakon ovakve obrade je veća nego nakon kaljenja i dubokog hlađenja bez popuštanja. Oni će rasti i daljnjim povećanjem broja popuštanja, ali njihova veličina će ipak biti manja od onih dobivenih konvencionalnom toplinskom obradom. Njihov raspored će također biti ravnomjerniji nakon ovakvog postupka.

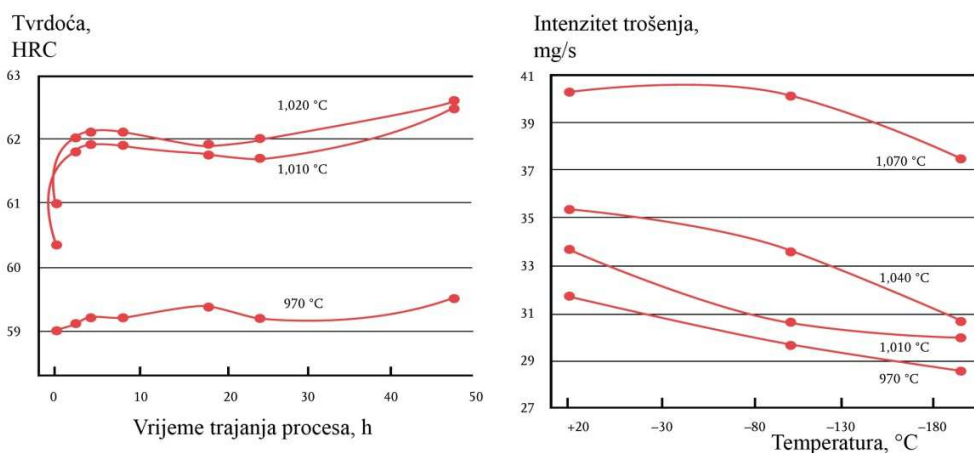
Količina precipitiranih karbida povećava se snižavanjem temperature dubokog ohlađivanja [6]. Na slici 3.5. vidi se utjecaj temperature procesa na broj izlučenih karbida kod Cr12Mo1V1 alatnih čelika za hladni rad. Primijećena je još koleracija između vremena držanja na toj temperaturi i broja izlučenih karbida. Ovaj utjecaj također je prikazan u dijagramu na slici 3.5. Vidi se da do povećanja broja karbida

dolazi i nakon 24-satnog držanja na temperaturi postupka. Proporcionalno broju izlučenih karbida rasti će i tvrdoća čelika, tako se ovim postupkom ona može povećati i do 3 HRC.



Slika 3.5. Usporedba broja precipitiranih karbida sa temperaturom i vremenom trajanja procesa [6]

Na gore prikazanim dijagramima primjećujemo da i temperatura austenitizacije ima utjecaj na svojstva nakon dubokog hlađenja. Razlog tome je povećanje udjela zaostalog austenita sa povećanjem temperature austenitizacije. Očekivano je dakle da će se najveće razlike u tvrdoći primijetiti kod čelika sa višim temperaturama austenitizacije, jer zaostali austenit značajno smanjuje tvrdoću kaljenog čelika. Zanimljivo je pak usporediti rezultate istraživanja objavljenog u članku [6]. Čelici različitih temperatura austenitizacije su nakon dubokog hlađenja testirani na trošenje. Suprotno očekivanjima čelici sa nižim temperaturama austenitizacije i većim tvrdoćama nakon postupka pokazali su bolju otpornost na trošenje.



Slika 3.6. Rezultati istraživanja [6]

Precipitacija mikrokarbida potaknuta je stavljanjem faze martenzita u stanje manje termodinamičke stabilnosti. To se događa zbog kontrakcije volumena dijela tijekom postupka, što uzrokuje i kompresiju kristalne rešetke. To uzrokuje povećanje termodinamičkih sila u ugljikom prezasićenom martenzitu. Pri temperaturi od -196°C difuzija atoma je gotovo nemoguća, tako da do difuzije dolazi tek pri grijanju dijela natrag na sobnu temperaturu. Pri tome se atomi ugljika izdvajaju na granicama kristalnih zrna ili drugih nesavršenosti kristalne građe gdje se dalje spajaju u jako sitne mikro-karbide. Mehanizam raspadanja martenzita i formiranja karbida kod niskotemperaturnih postupaka zapravo je jako sličan onom kod popuštanja. Razlika je jedino u rasponima temperatura pri kojima se odvija transformacija. Zbog manje difuzije pri nižim temperaturama izlučeni karbidi će biti sitnije i fine dispergirani.

Do navedenih promjena doći će i ako se nakon niskotemperaturnog postupka provede i popuštanje. Nakon konvencionalne obrade kaljenjem i zatim popuštanjem u mikrostrukтури će ostati oko 5% zaostalog austenita. I tijekom ovakvog postupka doći će do gore navedenih promjena, ali u puno manjoj mjeri nego ako se prije popuštanja provede postupak dubokog ohlađivanja. Popuštanjem se zapravo povećava toplinska stabilnost zaostalog austenita, tako da ga je i niskotemperaturnim postupcima puno teže transformirati u martenzit. Dubokim hlađenjem povećat će se pak prezasićenost martenzita ugljikom, tako da će se naknadnim popuštanjem precipitirati veći broj vrlo sitnih karbida, od onog dobivenog konvencionalnim postupcima toplinske obrade.

Ne potvrđuju sva istraživanja gore navedene pretpostavke. Zanimljivo je usporediti rezultate istraživanja navedenog u znanstvenom radu [12]. U istraživanju je korišten brzorezni čelik S390 dobiven tehnologijom praha. Uzorci su nakon kaljenja i izlaganja temperaturi od -196°C 25 sati bili popušteni 2 sata na temperaturi od 540°C . Nakon takve obrade provedena je kvantitativna analiza mikrostrukture uzoraka, koja je pokazala da kod ovih uzoraka nije došlo do značajnog smanjenja masenog udjela zaostalog austenita u odnosu na konvencionalno obrađene uzorke. Jedini utjecaj primijećen je kod korištenja različitih temperatura austenitizacije. Više temperature austenitizacije rezultirat će tako većim udjelom zaostalog austenita, ali naknadno duboko ohlađivanje u ovom slučaju će tek minimalno smanjiti udio zaostalog austenita (max. 1%). Temperatura austenitizacije utjecala je i na udio karbida u mikrostrukтури. On se smanjio povećanjem temperature austenitizacije, što se može pripisati otapanju karbida pri većim temperaturama. Veća temperatura je utjecala i na promjer karbida, koji se smanjivao povišenjem temperature. Duboko ohlađivanje nije značajno utjecalo niti na promjer niti na udio karbida u mikrostrukтури. Rezultati tog istraživanja upućuju na to da je za dobivanje koristi niskotemperaturnih postupaka na ovom čeliku potrebno provesti daljnja eksperimentiranja sa parametrima toplinske obrade.

3.3.2. Utjecaj na mehanička svojstva,

Pošto su mehanička svojstva usko vezana uz mikrostrukтуру materijala može se zaključiti da će i mehanička svojstva biti promijenjena niskotemperaturnim postupcima. Provedena su brojna istraživanja koja se bave utjecajem dubokog hlađenja na svojstva alatnih čelika [5,6,19].

U tablici 3-1 dani su rezultati istraživanja objavljenog u literaturi [9]. Uspoređene su tvrdoće brzoreznog čelika oznake W6Mo5CV2 nakon izlaganja niskim temperaturama. Duboko hlađenje

integrirano je u toplinsku obradu čelika uz različita trajanja postupka, broj ciklusa i kombinaciju sa ostalim fazama toplinske obrade. Iz tih rezultata može se zaključiti da će niskotemperaturni tretmani brzoreznim čelicima povećati tvrdoću kako na sobnoj temperaturi, tako i na većim temperaturama koje se mogu pojaviti tijekom uporabe alata. To povećanje iznosi do 2HRC. Evidentno je i da iznos tog povećanja ovisi o trajanju držanja brzoreznog čelika na niskoj temperaturi. U slučaju 4 u kojem je uzorak tretiran jednakim parametrima kao u slučaju 3 uz razliku da je držanje na temperaturi od -196°C podijeljeno u tri ciklusa ukupnog trajanja istog kao u slučaju 3 došlo je do dodatnog povećanja tvrdoće. To se može pripisati povećanom izlučivanju mikrokarbida po mehanizmu opisanom u prethodnom poglavlju. Tako će se svakim ciklusom hlađenja i grijanja prvo termodinamički destabilizirati martenzit dobiven transformacijom zaostalog austenita u prethodnom ciklusu, a zatim grijanjem precipitirati karbidi zbog povećane difuzije ugljika iz tog martenzita. Na zadnjem uzorku tretman dubokim ohlađivanjem proveden je nakon kaljenja i popuštanja brzoreznog čelika. I u ovom slučaju tvrdoća je povećana za oko 1 HRC što potvrđuje činjenicu da se niskotemperaturni postupci mogu koristiti u bilo kojem trenutku životnog vijeka alata ili kao reparaturni postupak u slučaju loše toplinske obrade. U istraživanje objavljeno u znanstvenom radu [12], korišteni su slični parametri toplinske obrade na S390 brzoreznom čeliku. Ispitivanjem tvrdoće utvrđeno je povećanje tvrdoće od samo 1 HRC kod uzoraka koji su duboko hlađeni prije popuštanja.

Tablica 3-1: Utjecaj dubokog hlađenja na tvrdoću brzoreznog čelika W6Mo5CV2 [9]

Slučaj	1	2	3	4	5
Toplinska obrada nakon gašenja sa 1250°C	Trostruko popuštanje na 560°C	Duboko hlađenje na -196°C kroz 24h+ trostruko popuštanje na 560°C	Duboko hlađenje na -196°C kroz 48h+ trostruko popuštanje na 560°C	3 ciklusa dubokog hlađenja na -196°C kroz 48h+ trostruko popuštanje na 560°C	Trostruko popuštanje na 560°C + Duboko hlađenje na -196°C kroz 48h
Tvrdoća (HRC)	63,7	64,8	65	65,4	64,3

Povećanje tvrdoće na povišenim temperaturama uzrokovano je prisutstvom mikro-karbida koji nakon postupka dubokog ohlađivanja postaju manji i dispergiraniji što ih sprečava u daljnjem rastu. Time je povećana termostabilnost čelika i mogućnost korištenja alata izrađenih od tako obrađenih alata na većim brzinama. U istraživanju navedenom u znanstvenom radu [2] snimljeni su i uspoređeni dijagrami popuštanja za Č7680 nakon tri različite toplinske obrade. Prvi uzorak je bio samo gašen, a druga dva su nakon gašenja bili izloženi temperaturi od -196°C u trajanju od jednog sata. To izlaganje je kod jednog uzorka bilo podijeljeno na tri dijela. Oblik krivulja nije se značajno razlikovao, s gotovo identičnim temperaturama početka sekundarnog otvrdnuća i tijekom krivulje nakon nje. Iz toga se može zaključiti da duboko ohlađivanje; bar pod gore navedenim uvjetima ne bi ni malo utjecalo na otpornost na popuštanje brzoreznog čelika.

Nakon primjene niskotemperaturnih postupaka možemo očekivati povećanje žilavosti i čvrstoće materijala zbog povećanja broja dislokacija u mikrostrukтури. Velikokutne granične površine nastale oko kristala dvojnika martenzita koji se razvio iz zaostalog austenita doprinose povećanju žilavosti i čvrstoće čelika [10]. Dvojnici su zrcalno simetrična kristalna zrna nastala pri određenim uvjetima. Specifično se formiraju pri niskim temperaturama kod metala s manjim brojem aktivnih kliznih sustava (BCC, HCP [3]). Mogu nastati i pri velikim brzinama deformacije. Duboko ohlađivanje utječe i na strukturu i uređenost zaostalog austenita koji je ostao u strukturi. On se tijekom obrade formira u približno koaksijalne blokove. Takva nagomilana struktura moguća je samo uz pojavu većeg broja dislokacija i nesavršenosti sa prisutstvom izlomljenih dijelova unutar nje. Time je i inače nepoželjna faza zaostalog austenita donekle doprinijela povećanju žilavosti obradaka. Broj kristalnih nesavršenosti povećat će se i u martenzitu, a njegovim raspadom izlučit će se i veći broj mikro-karbida koji također doprinose povećanju žilavosti. Njihov manji promjer uzrokovat će smanjenje koncentracije naprezanja na njihovim granicama sa kristalnom matricom. Ovi karbidi utječu na promjenu smjera propagiranja pukotine čime će spriječiti daljnji prodor pukotine i time povećati lomnu žilavost čelika.

Tablica 3-2: Utjecaj toplinske obrade na udarnu žilavost brzoreznog čelika W6Mo5CV2 [9]

Toplinska obrada nakon gašenja sa 1250°C	Trostruko popuštanje na 560°C	Duboko hlađenje na -196°C kroz 24h+ trostruko popuštanje na 560°C	Duboko hlađenje na -196°C kroz 48h+ trostruko popuštanje na 560°C	3 ciklusa dubokog hlađenja na -196°C kroz 48h+ trostruko popuštanje na 560°C	Trostruko popuštanje na 560°C + Duboko hlađenje na -196°C kroz 48h
Udarne žilavost (J/mm ²)	3,5	4,4	4,4	5,0	3,9

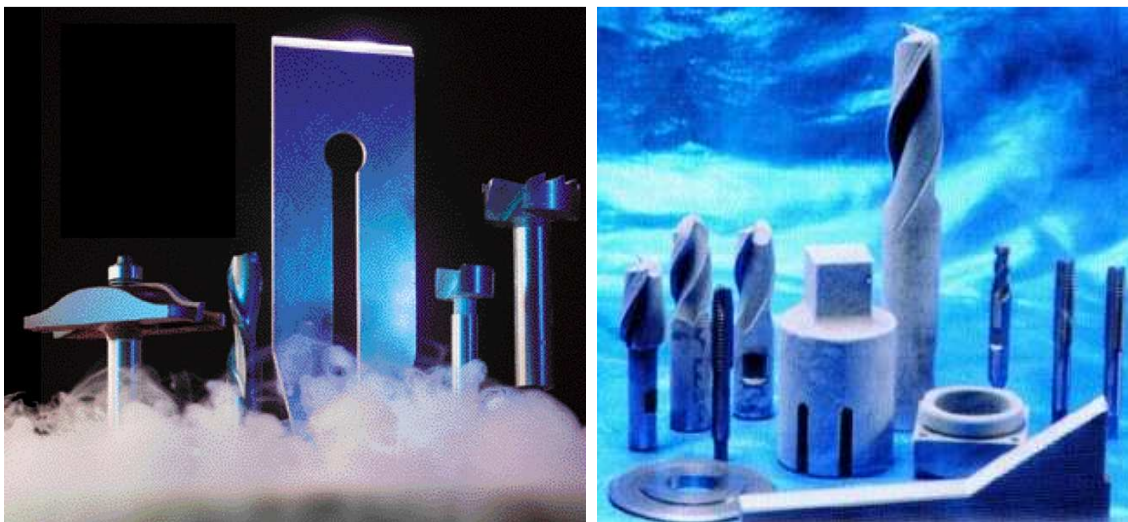
Razna istraživanja potvrdila su pozitivan utjecaj dubokog hlađenja na žilavost brzoreznih čelika. Rezultati istraživanja prikazani u tablici 3-2 ukazuju na povećanje udarne žilavosti od 8 do 30%. Pokazalo se i da će se žilavost povećati čak i ako se postupak dubokog hlađenja provede nakon konvencionalnog postupka toplinske obrade. Vidi se da se je i ovdje profitiralo od dijeljenja postupka dubokog hlađenja na više dijelova. To je potvrđeno i u literaturi [11] gdje žilavost nakon trostrukog postupka dubokog hlađenja povećana za 25% posto u odnosu na uobičajenu toplinsku obradu i 16% posto u odnosu na jednostruko ohlađivanje istog trajanja. To istraživanje bilo je provedeno na brzoreznom čeliku Č7680, a vrijeme izlaganja niskoj temperaturi bilo je samo 1h. Za razliku od navedenih istraživanja u istraživanju opisanom u znanstvenom radu [12] nije primijećeno povećanje žilavosti nakon dubokog hlađenja. Štoviše, izmjereno je čak smanjenje lomne žilavosti kod uzroka na kojima je provedeno. Mjerenjem udarne radnje loma nije izmjerena značajna promjena. Takav rezultat bi mogao biti posljedica neadekvatne temperature popuštanja brzoreznog čelika.

Prema rezultatima istraživanja objavljenih u radovima [11,3] možemo očekivati poboljšanje otpornosti na trošenje čelika koji su podvrgnuti postupku dubokog ohlađivanja. Ispitane su otpornosti na

abraziju i eroziju. Pokazalo se da će veće povećanje otpornosti biti na trošenje erozijom. Veća povećanja i u ovom slučaju će se ostvariti dijeljenjem postupka na više dijelova. U ovom slučaju na tri dijela ukupnog trajanja jednog sata. Iako se postupkom dubokog hlađenja tvrdoća uzorka napravljenog od S 390 brzoreznog čelika povećala samo za 1 HRC došlo je do velikog povećanja otpornosti na trošenje erozijom. Gubitak mase tako obrađenih uzoraka bio je do 28% manji nakon jednostranog izlaganja mlazu kvarcnog pijeska nego kod konvencionalno obrađenih uzoraka.

3.4. Primjeri primjene

Koristi dubokog hlađenja uočene su kod najrazličitijih namjena. Kod alata koji se koriste za obradu odvajanjem čestica višestruko smanjuje intervale između dvaju oštrenja alata. Kao što je spomenuto u prethodnom poglavlju kod preciznih mjernih alata preporuča se višekratna obrada što dovodi do velike preciznosti uzrokovane povećanjem njihove dimenzijske stabilnosti. Do poboljšavanja u tom pogledu dolazi baš zbog eliminiranja zaostalog austenita. Ta faza je nestabilna na sobnoj temperaturi i polako će se raspadati u druge faze, različitih parametara kristalne rešetke. Primjer poboljšavanja svojstava u ovom vidu primijećen je kod proizvodnje valjnih staza preciznih kugličnih ležajeva izrađenih od 100Cr6 alatnog čelika. Njihov unutarnji promjer određen je unutar tolerancijskog polja širine oko 1 μm . Iako je takva preciznost ostvariva obradom odvajanjem čestica, promjena mjere tijekom skladištenja je premašila zadanu toleranciju. Pretpostavljeno je da je do tog fenomena došlo zbog prisutstva zaostalog austenita i njegove naknadne transformacije u martenzit, pa je kao protumjera isproban niskotemperaturni tretman čelika. On je integriran u postupak toplinske obrade između kaljenja i popuštanja, a temperatura postupka je bila $-90\text{ }^{\circ}\text{C}$. Na testnim uzorcima valjnih staza potpuno je izostala mjerljiva promjena dimenzije, a izmjereno je i povećanje tvrdoće u odnosu na konvencionalno tretirane dijelove u iznosu od 4 HRC [7].



Slika 3.7. Alati podvrgnuti postupku dobrog ohlađivanja [5]

Kod alata za valjanje navoja izrađenih od X100CrMoV5 1 čelika za hladni rad tijekom završne obrade brušenjem dolazilo je do pojave pukotina. Ovdje se je opet pretpostavilo da do pukotina dolazi zbog transformacije zaostalog austenita u martenzit. Razlika je u uzroku promjena koje su u ovom slučaju uzrokovane deformacijskom transformacijom, a ne starenjem kao u prethodnom. Ovakvim načinom formiran martenzit unosi napetosti u materijal koje superpozicijom sa napetostima uzrokovana samom deformacijom i silama tijekom obrade dovodi do neizbježnog nastanka pukotina. Iako bi se ovakav alat

još mogao koristiti ako je namijenjen za grube navoje, njegov životni vijek bit će znatno smanjen. Duboko hlađenje na testnim uzorcima ovih alata provedeno je nakon njihova kaljenja u solnoj kupci. Izmjerena tvrdoća nakon kaljenja bila je 64 HRC. Temperatura niskotemperaturnog postupka i u ovom slučaju bila je -90 °C. Nakon toga je tvrdoća porasla na 68 HRC, ali se je nakon dvosatnog popuštanja na 250°C vratila na 64 HRC [7]. Nakon takve obrade završna obrada brušenjem nije dovela do nastanka pukotina koje bi se mogle dijagnosticirati metodama nerazornih ispitivanja. Alati su zatim stavljeni u uporabu i daleko nadmašili očekivani životni vijek.

Martenzitni čelici povišenog masenog udjela nikla često sadrže i do 30% zaostalog austenita. Transformacija ovdje može nastati tijekom uporabe, što će uzrokovati neprihvatljive iznose promjena dimenzija i povećanu krhkost. U priručniku [8] preporuča se hlađenje na -70°C odmah nakon kaljenja i dva ciklusa popuštanja kako bi se osigurala transformacija svog zaostalog austenita. Moguće je da bi uporaba nižih temperatura tijekom postupka dubokog hlađenja omogućila korištenje samo jednog popuštanja sa istim efektom.

Maraging čelici su niskougljični, visokolegirani čelici iznimno visoke čvrstoće i lomne žilavosti. Takva svojstva duguju martenzitnoj fazi i precipitiranjem intermetalnih spojeva postupkom dozrijevanja. Čvrstoće ovih čelika prelaze 1900N/mm² zbog čega se koriste kod visokoopterečenih dijelova, gdje sve nepravilnosti u materijalu mogu eventualno dovesti do loma. Zato je iznimno važno da se prije dozrijevanja postigne potpuno martenzitna mikrostruktura. Kako bi se to postiglo kod maraging čelika viših udjela nikla (25%) preporuča se podvrgavanje temperaturama od -80°C.

Kod izrade zupčanika duboko hlađenje se koristi kao sredstvo otklanjanja pogrešaka nastalih tijekom obrade. Tako se na primjer koristi u slučaju da tvrdoća dobivena nakon standardne toplinske obrade ne odgovara propisanom standardu. Jedina alternativa dubokom hlađenju u ovakvom slučaju je dugotrajan i energetski zahtijevan postupak popuštanja i ponovnoga kaljenja i to sa velikim rizikom od nastanka pukotina.

Niskotemperaturni postupci ne moraju nužno biti integrirani u toplinsku obradu dijelova tijekom njihove izrade. Dubokim hlađenjem dijelovi se mogu tretirati u bilo kojem trenutku tijekom njihova životnog vijeka i pri tome će doći do značajnih poboljšanja svojstava i ispravljanja grešaka u materijalu.

Primjer toga je veliko poboljšanje u preciznosti vatrenoga oružja koje se očituje u smanjenju promjera grupe pogodaka više od 2 puta. Razlog tome je smanjenje unutarnjih naprezanja nastalih uslijed proizvodnje cijevi vatrenog oružja. Te napetosti dolaze do izražaja pri velikim vibracijama i povišenim temperaturama koje nastaju uslijed ispaljivanja te dovode do trenutnog mijenjanja geometrije cijevi. Također je uočeno da je kod duboko ohlađenih cijevi znatno olakšano čišćenje.

U automobilizmu se koristi kako bi smanjili utjecaj pregrijavanja kočionih diskova na smanjenje sile kočenja i također za povećanje njihove dimenzijske postojanosti. Na 3.5. su prikazane pukotine nastale na dva kočiona diska, od kojih je jedan tretiran postupkom dubokog hlađenja. Oba diska su korištena na automobilu visokih performansi u otežanim uvjetima uporabe. Na netretiranom kočionom disku do pucanja je došlo nakon 8000 km vožnje. Pukotina se propagirala kroz cijelu dubinu diska i prouzrokovala značajne vibracije prilikom kočenja. Tretirani disk izdržao je trostruku kilometražu prije nastanka prve pukotine, koja u ovom slučaju nije propagirala do druge strane diska.



Slika 3.8. *Usporedba pukotina nastalih na tvornički obrađenom disku (desno) i naknadno tretiranog postupkom dubokog hlađenja (lijevo) [21]*

Slično ispitivanje objavljeno je u časopisu [24]. U tom istraživanju je netretirani disk podvrgnut testiranju tijekom 50 krugova na trkačkoj stazi, koristeći pritom trkaće kočione obloge. Nakon testiranja diskovi su bili jako istrošeni i došlo je do pojave pukotina, do te mjere da su se morali izbaciti van uporabe. Tretirani diskovi podvrgnuti su pak 56 krugova sa trkaćim oblogama i zatim 35 krugova sa tvorničkim oblogama. Ovi diskovi nisu pretrpjeli ikakva značajna oštećenja, i prosuđeno je da bi se mogli sigurno koristiti još kroz 40 krugova utrke. Usporedba ispitanih diskova prikazana je na slici 3.9.



Slika 3.9. *Usporedba tretiranog(lijevo) i netretiranog(desno) diska iz istraživanja objavljenog u časopisu [24]*

Jedan proizvođač dijelova za radne strojeve uspješno je iskoristio postupak dubokog hlađenja za izbjegavanje nastanka mreže karbida između pojedinih kristalnih zrna. Koriste standardni čelik za pougljičavanje sa 0,2% ugljika (20 NiCrMo 2) i pougljičuju mu površinu na udio od 1% ugljika. Pošto je u ovom slučaju M_f temperatura daleko ispod sobne temperature nakon kaljenja u površini ostaje preko 50% zaostalog austenita. Jedini način da se toliki udio zaostalog austenita transformira u martenzit je pomoću niskotemperaturnih postupaka. Tvrdća ovim postupkom obrađene površine u ovom slučaju je

čak 65 HRC. Još jedna prednost u ovom slučaju je nastajanje tlačnih naprezanja u površinskom sloju koje povećavaju dinamičku izdržljivost dinamički opterećenih vratila. Karbidi su u ovom slučaju fino disperzirani dok bi uporabom ostalih postupaka došlo do stvaranja interkristalne mreže karbida što bi značajno umanjilo uporabna svojstva dijelova.

Duboko hlađenje tako poboljšava tvrdoću, čvrstoću, otpornost na trošenje i postojanost oblika i dimenzija kod većine čelika. Poboljšanja nisu očekivana kod ugljičnih čelika ili drugih čelika koji se uglavnom transformiraju u bainit. Niti rezultati za feritne nehrđajuće čelike ili ljevove nisu pokazali poboljšanje. Poboljšanja u svojstvima uočena su i kod aluminijskih ili bakrenih legura. Kod elektroda za elektrootopno zavarivanje tako se produžuje životni vijek 2 do 9 puta nakon dubokog hlađenja [5].

Eksperimentalni dio

4. PRIPREMA I PROVEDBA ISPITIVANJA

4.1. Plan pokusa

4.1.1. Izrada uzoraka

Cilj ispitivanja je utvrditi utjecaj dubokog hlađenja na pojave pri popuštanju brzoreznog čelika. U tu svrhu potrebno je odabrati jedan brzorezni čelik, utvrditi mu početna svojstva i odrediti promjene koje će nastati nakon popuštanja.

Za ispitivanje je odabran moderan brzorezni čelik S390 Microclean® austrijskog proizvođača Böhler. Saznanja o početnim svojstvima materijala preuzeta su od proizvođača i iz već obavljenih znanstvenih radova [11,12,17]. Kako bi se stekao bolji uvid u ponašanje ovog brzoreznog čelika tijekom popuštanja, paralelno će se ispitati promjene tijekom konvencionalnog popuštanja i tijekom popuštanja nakon dubokog hlađenja.

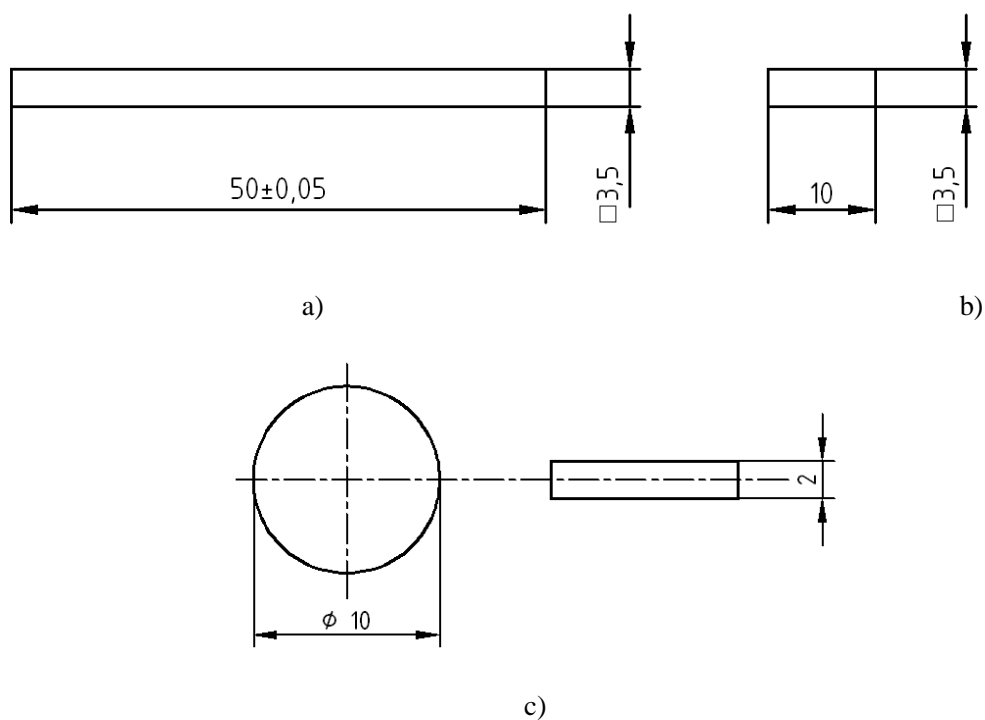
U svrhu određivanja promjena vršit će se ispitivanja sastava materijala i mikrostrukture nakon samog postupka. Kako bi se odredile promjene tijekom samog popuštanja vršit će se dilatometrijsko ispitivanje.

Stanja i oznake pojedinih uzoraka prikazani su u tablici 4-1.

Tablica 4-1 Stanja i oznake uzoraka

Temperatura austenitizacije	Toplinska obrada	Označavanje uzoraka		
		Rendgenska difrakcija	Metalografska ispitivanja	Dilatometrijska ispitivanja
1130°C	Gašenje	1130	1130	
	Gašenje + 2x popuštanje 540°C/2h + 1x popuštanje 510°C/2h	1130A	1130A	1
	Gašenje + Duboko hlađenje -196°C /25h+1x popuštanje 540°C/2h	1130B	1130B	2
1180°C	Gašenje	1180	1180	
	Gašenje + 2x popuštanje 540°C/2h + 1x popuštanje 510°C/2h	1180A	1180A	3
	Gašenje + Duboko hlađenje -196°C /25h+1x popuštanje 540°C/2h	1180B	1180B	4
1230°C	Gašenje	1230	1230	
	Gašenje + 2x popuštanje 540°C/2h + 1x popuštanje 510°C/2h	1230A	1230A	5
	Gašenje + Duboko hlađenje -196°C /25h+1x popuštanje 540°C/2h	1230B	1230B	6

Uzorci su EDM postupkom izrezani iz šipke promjera $\phi 22,5$ mm. Korištena je šipka iz šarže R35499. Dimenzije uzoraka prikazane su na slici 4.1. Nacrt izrezivanja uzoraka prikazan je u prilogu 6.

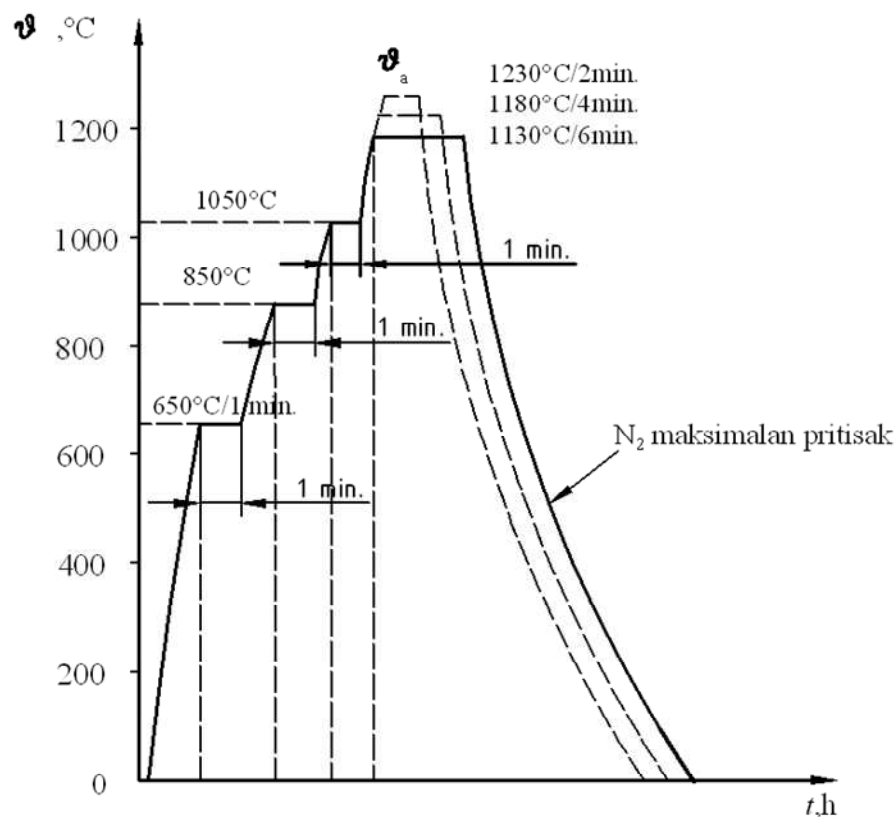


Slika 4.1. Dimenzije uzoraka a) za dilatometriju, b) za metalografiju, c) za rendgensku difrakciju

4.1.2. Toplinska obrada

Parametri toplinske obrade brzoreznog čelika Böhler S390 Microclean[®] uzeti su prema smjernicama proizvođača čelika [19] te istraživanjima i preporuci Instituta za kovinske materijale i tehnologije u Ljubljani.

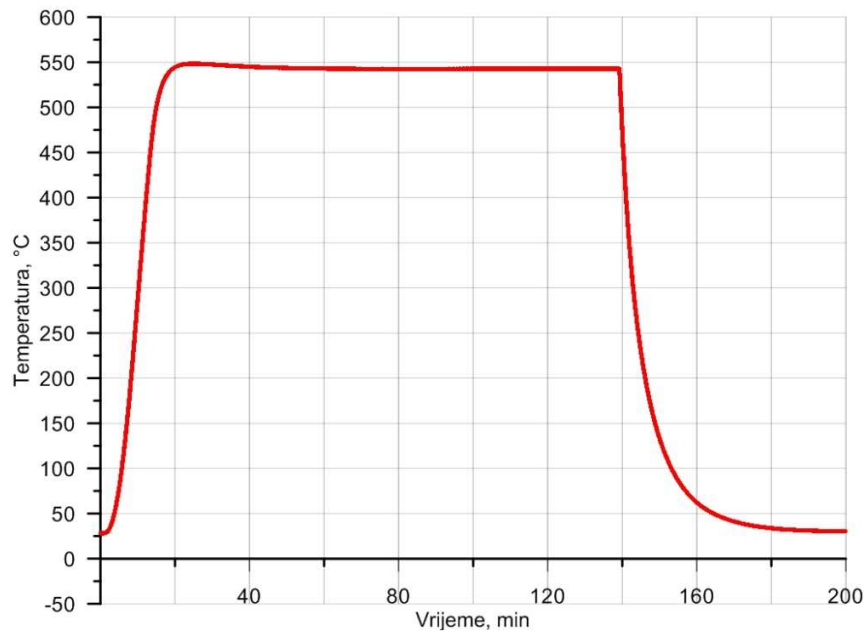
Ispitni uzorci grijani su na tri različite temperature austenitizacije 1130, 1180 i 1230°C. Predgrijavanje se izvodilo tri puta na temperaturama 650, 850 i 1050°C. Pri čemu je brzina ugrijavanja iznosila 15°C/min. Brzina ugrijavanja od zadnje temperature predgrijavanja do temperature austenitizacije iznosila je 25°C/min. Držanje na dvije niže temperature predgrijavanja iznosilo je 5 min, a vrijeme držanja na temperaturi austenitizacije bilo je 2 min. Dijagram kaljenja prikazan je na slici 4.2.



Slika 4.2. Dijagram kaljenja uzoraka

Toplinska obrada provodila se u toplinskom laboratoriju Fakulteta strojarstva i brodogradnje Sveučilišta u Zagrebu. Ugrijavanje do temperature austenitizacije izvodilo se u vakuumskoj peći "Ipsen" tip VFC 25 snage 25 kW pod tlakom od 10^{-5} bar. Naknadno hlađenje provodilo se u struji plina dušika nakon čega je dio uzorka duboko hlađen, a drugi dio je popušten.

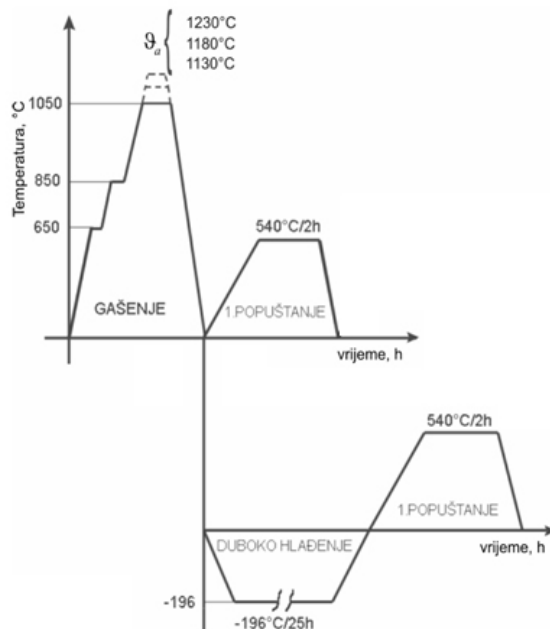
Popuštanja uzoraka za dilatometrijsku analizu i ispitivanje tvrdoće izvedena su u samom dilatometru tijekom dilatometrijskog ispitivanja. Uzorci su popušteni na temperaturi od 540°C u trajanju od 2 sata. Dijagram popuštanja prikazan je na slici Slika 4.3. Dijagrami brzina grijanja i hlađenja prikazane su u prilogu 4. Uzorci korišteni za rendgensku difrakciju i mikrostrukturnu analizu su nakon kaljenja trostruko popuštavani i to 2 puta na 540°C i jednom na 510°C. Svaki ciklus popuštanja trajao je 2 sata.



Slika 4.3. *Dijagram popuštanja*

Duboko hlađenje provodilo se direktno nakon gašenja potapanjem uzoraka u tekući dušik u trajanju od 25h nakon čeka su uzorci izvađeni i zagrijavani na zraku do sobne temperature, a zatim popušteni.

Na slici 4.4. prikazan je shematski prikaz toplinske obrade uzoraka.



Slika 4.4. *Shematski prikaz toplinske obrade uzoraka*

4.2. Metode ispitivanja uzoraka

4.2.1. Rendgenska difrakcija

Rendgenska difrakcija je nerazorna metoda određivanja kristalografske strukture, kemijskog sastava i fizikalnih osobina materijala. Jedna je od najkorisnijih metoda za karakterizaciju materijala sastavljenih od kristala poput metala, intermetalnih spojeva, keramike, minerala i polimera. Ova metoda može se koristiti za identificiranje faza prisutnih u materijalu od njegovog sirovog oblika, pa sve do gotovog proizvoda. Isto tako, može se koristiti za određivanje fizikalnih osobina poput veličine zrna ili kristalnih nesavršenosti. Većina metoda je vrlo brza, a neki uređaji su dovoljno mali da budu po potrebi transportirani do većih uzoraka. Sami uzorci mogu varirati u formi od finog praha, pa sve do kompletnog avionskog krila. Iako veličina uzoraka može biti velika, samo područje ispitivanja rijetko prelazi površinu 1 cm^2 i može biti suženo do $10 \text{ }\mu\text{m}^2$.

Uzorak se u ovom ispitivanju izlaže usmjerenom snopu rendgenskih zraka. Tehnike rendgenske difrakcije se baziraju na očitavanju intenziteta raspršenih rendgenskih zraka u funkciji upadnog ugla, polarizacije i njihove valne duljine. To raspršivanje je ovisno o kristalnoj strukturi ispitivanog uzorka. Pojedina kristalna čelića neke faze vjerno reflektira oblik i veličinu njenog kristalnog zrna. Sama difrakcija je fenomen raspršivanja elektromagnetskog zračenja uzrokovan periodičnim smještajem centara raspršivanja, s uvjetom da njihov razmak nije veći od valne duljine zračenja. To će nadalje uzrokovati interferenciju između raspršenih valova koja će u većini smjerova biti dekonstruktivna, tako da u tim smjerovima neće postojati mjerljivo zračenje. U smjerovima u kojima će doći do konstruktivne interferencije moći će se izmjeriti veliki intenziteti zračenja, ponekad veći i od intenziteta izvora. Tako nastale zrake nazivamo raspršenima.

Kako bismo dobili relevantne podatke potrebno je detektirati intenzitet i poziciju pojedinih raspršenih zraka u prostoru. U tu svrhu se većinom koriste fotografski filmovi i detektori fotona. Specijalni fotografski filmovi mogu se koristiti kao ravni i cilindrični i pomoću njih možemo snimiti više raspršenih zraka odjednom. Očitana zračenja se na filmu pojavljuju kao crna točka na bijeloj pozadini negativa. Pozicija detektirane zrake u prostoru može se odrediti pomoću njene pozicije na filmu i geometrije samoga filma. Zatamnjenje filma proporcionalno je intenzitetu zrake. Detektor fotona može u određenom mjeriti samo jednu pojedinu zraku tako da mu se za različite kutove mora mijenjati pozicija. Intenzitet zrake određuje se brojenjem detektiranih fotona.

U današnje vrijeme se većinom koriste detektori fotona. Iako se pomoću fotografskih filmova lakše određuju kutevi reflektiranih zraka, kvantitativno određivanje njihova intenziteta je znatno otežano i podložno greškama. Iako je samo snimanje pomoću fotografskih filmova brže od snimanja pomoću detektora, podaci dobiveni detektorima se mogu puno brže i lakše interpretirati pomoću računala.

Takvim snimanjem dobit će se grafovi koji pokazuju ovisnost intenziteta o kutnoj poziciji detektora. Na tim dijagramima informacije dobivamo iz pozicija vršnih vrijednosti intenziteta, kao i iz njihova oblika. Pozicije vršnih vrijednosti daju informacije o geometriji kristala, a njihovi intenziteti govore o

vrsti atoma i njihovom rasporedu unutar kristalne rešetke. Oblik vrhova informira o prisustvu nesavršenosti kristalne građe.

Računalno zatim uspoređuje sve standardne dijagrame u svojoj bazi sa dijagramom snimljenim u ispitivanju. Ukoliko nađe mogućnost da je neki dijagram iz baze postoji kao faza u snimljenom dijagramu, procjenjuje njihovu podudarnost i nastavlja uspoređivati s drugim standardnim dijagramima. Nakon što usporedi dijagram uzorka sa svim dijagramima u bazi, izlistava nekoliko standarda sa najvećom podudarnošću. U tom popisu naći će se naravno i neki spojevi koji nisu prisutni u uzorku, zato sam ispitivač mora iz tog popisa odabrati neke faze ovisno o prethodnim saznanjima o uzorku (npr. tvrdoća, boja i gustoća), kao i o svome iskustvu. Nakon toga računalo provodi ponovnu analizu, ovaj put detaljnije uspoređujući samo standarde koje je ispitivač odabrao sa dijagramom uzorka. Nakon zadnje analize dobiva se konačan rezultat ispitivanja, sa kvalitativnim i kvantitativnim podacima i procjenom odstupanja.

4.2.2. Mikrostrukturalna analiza

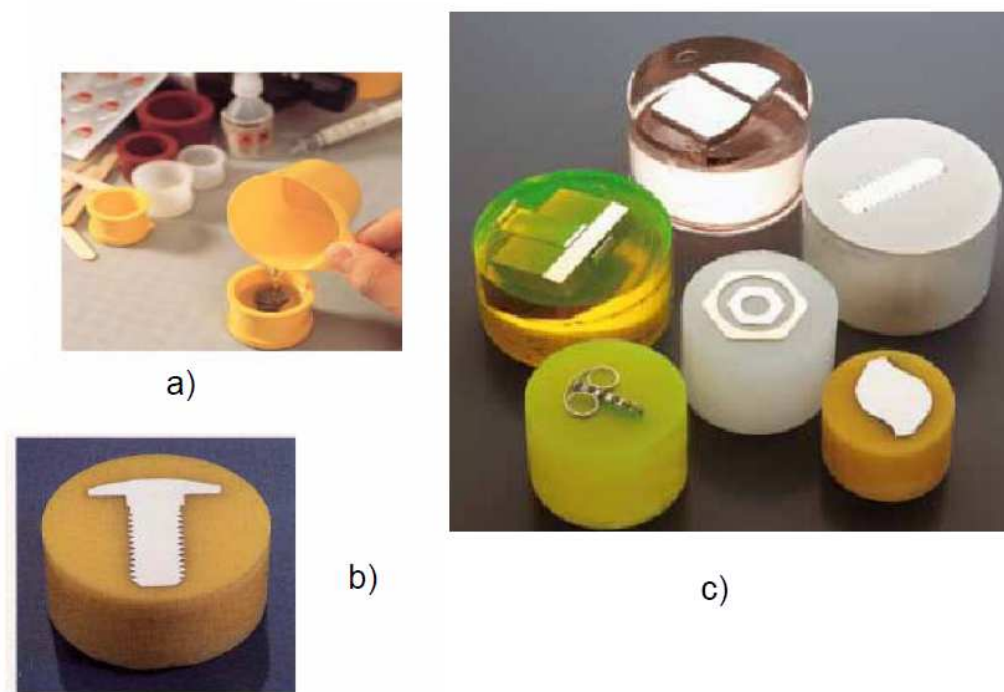
Metalografija je područje znanosti o materijalima koje se bavi analizom strukture materijala te razvojem i primjenom tehnika te postupaka izrade uzoraka za analizu. Zadatak materijalografije je određivanje okvirnih svojstava uzoraka iz izgleda makro i mikrostrukture i kontrola te utvrđivanje grešaka u materijalu. Metalografska analiza može dati informacije o sastavu i karakteristikama materijala poput:

- veličine zrna,
- mikrostrukturnih faza,
- homogenosti sastava i mikrostrukture,
- raspodjeli mikrostrukturnih faza,
- deformacijama strukture nastalim nakon plastične deformacije

Glavne mane materijalografije su nepoznavanje svih ovisnosti strukture i svojstava materijala, ponekad premale razlučljivosti te često subjektivna i samo kvalitativna ocjena analiza. Danas je područje ispitivanja materijala nezamislivo bez metalografije, a negativnosti metode sve se više eliminiraju primjenama automatske analize slike pomoću računala.

Da bi analiza materijala bila što točnija, važno je da ispitni uzorak bude reprezentativan i dobro pripremljen. Pri određivanju mjesta i položaja s kojeg se iz materijala izdvaja uzorak, važno je da njegova svojstva što je moguće bolje odgovaraju cjelini. Pri samom postupku izrezivanja važno je primijeniti postupke koji će u što manjoj mjeri promijeniti mikrostrukturu. Ukoliko je nešto od navedenog zanemareno, rezultati dobiveni analizom mogu biti krivi ili dovesti do krivih zaključaka. Važno je voditi detaljne zabilješke o mjestu, orijentaciji i načinu uzimanja uzoraka.

Izrezani uzorak se radi malih dimenzija ulijeva u medij koji olakšava prihvatanje i time olakšava i osigurava kvalitetnu pripremu. Ulijevanje može biti toplo, prešanjem s granulatnom ili hladno sa dva ili višekomponentnim sredstvima. Na slici 4.5. su prikazani uzorci u očvrstnutoj polimernoj masi.



Slika 4.5. Pripremanje uzorka za metalografsku analizu [16]:

- a) umetanje uzorka u kalup s polimernom masom,*
- b) uzorak metala u očvrstnutoj polimernoj masi,*
- c) različiti uzorci materijala pripremljeni za analizu*

Postupcima pripreme važno je s površine uzorka ukloniti deformirani sloj koji je nastao rezanjem te površinske nepravilnosti poput oksida i nečistoća. Tek nakon toga možemo dobiti uvid u stvarnu mikrostrukturu. Pri tome se koriste postupci brušenja, poliranja i nagrivanja. Brušenje je prvi korak ovakve obrade. Provođi se od grubljeg prema finijem, prema sadržaju tablica za pripremu. Poliranjem se uklanjaju ogrebotine koje su nastale tijekom brušenja. Provođi se na tkanoj podlozi na koju se nanose dijamantne paste potrebne finoće.

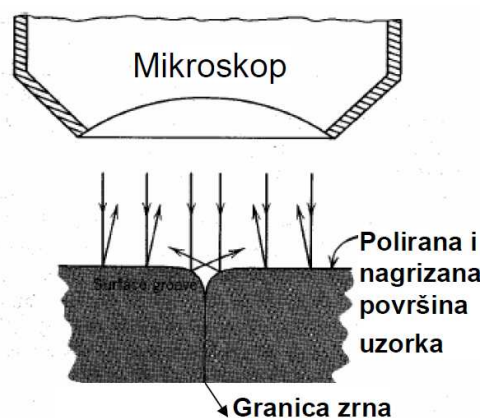


a)

b)

Slika 4.6. Poliranje uzorka na brusnom papiru (a) i strojno poliranje više uzoraka odjednom [15]

Sljedeći korak u obradi uzoraka je nagrivanje. Nagrivanje se provodi kako bi pojedini konstituenti ili faze postali vidljivi pod mikroskopom. Nagrivanje se može provesti kemijskim ili elektrokemijskim postupkom. Sredstva za nagrivanje i postupak biraju se s obzirom na efekt koji želimo postići. Kemijskim se nagrivanjem postiže da se glatka, zrcalno sjajna površina uzorka učini vidljivom za mikroskopiranje. Obično se nagrivaju granice kristalnih zrna. Sa nagrivanjem površine svjetlo se različito reflektira što u okularu mikroskopa daje sliku zrna, faza itd.



Slika 4.7. Shematski prikaz utjecaja kemijskog nagrivanja uzorka na mikroskopiranje [16]

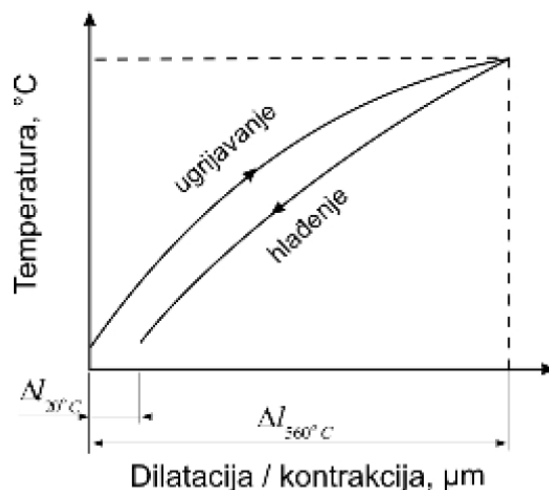
4.2.3. Dilatometrijska analiza

Većina metoda koje prate pojave pri popuštanju temelje se na promatranju popuštene mikrostrukture tek nakon obavljanja procesa popuštanja. Te metode daju kvalitativan i kvantitativan uvid u konačni rezultat popuštanja, ali ne daju i dovoljno preciznu mogućnost procjene kada je i u kojoj mjeri došlo do određenih mikrostrukturnih transformacija. Ako se, dakle, želi precizno ustanoviti kada se određena pojava odvija, potrebno je primijeniti neku od metoda koje bi ukazivale na mikrostrukturne promjene onoga trenutka kada je do njih došlo. Jedna od takvih metoda koja nam omogućuje uvid u strukturne promjene pri popuštanju u trenutku kada su se dogodile je dilatometrija.

Dilatometrijom se uglavnom mogu dobiti slijedeće osnovne informacije:

- Koeficijent toplinske dilatacije β (m/mK; K⁻¹)
- Nepravilnost u ponašanju materijala prilikom ugrijavanja (hlađenja)
- Karakteristične temperature mikrostrukturnih pretvorbi (npr. temperatura M_s)

Koeficijent toplinske dilatacije β (m/mK; K⁻¹) predstavlja dilataciju materijala u temperaturnom intervalu od 1 K u odnosu na početnu dužinu i zato predstavlja karakteristiku materijala ovisno o temperaturi. Prilikom snimanja dilatograma mogu se uočiti nepravilnosti u ponašanju materijala prilikom ugrijavanja (hlađenja). Ove pojave mogu biti uzrokovane bilo mikrostrukturnim, kemijskim ili nekim drugim čimbenicima. Manifestiraju se kroz promjenu specifičnog volumena koji se na dilatogramu jasno vidi. Za traženje uzroka i objašnjavanje rezultata potrebno je primijeniti druge istraživačke metode poput: ispitivanje tvrdoće, metalografske analize, ispitivanje rendgenskom difrakcijom i dr. Upravo iz činjenice da se dilatometrom mogu utvrditi početci i završetci mikrostrukturnih promjena (promjena volumena) dilatometar se koristi i za snimanje TTT dijagrama.



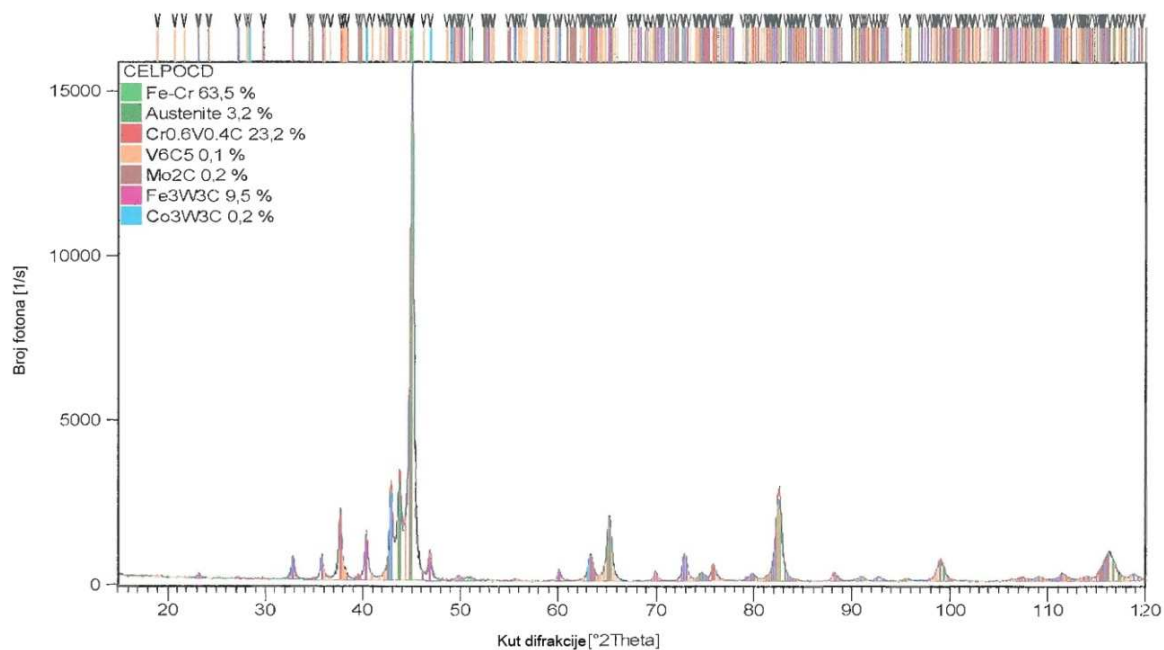
Slika 4.8. Shema zapisa dilatometričkog ispitivanja [17]

5. REZULTATI ISPITIVANJA I DISKUSIJA REZULTATA

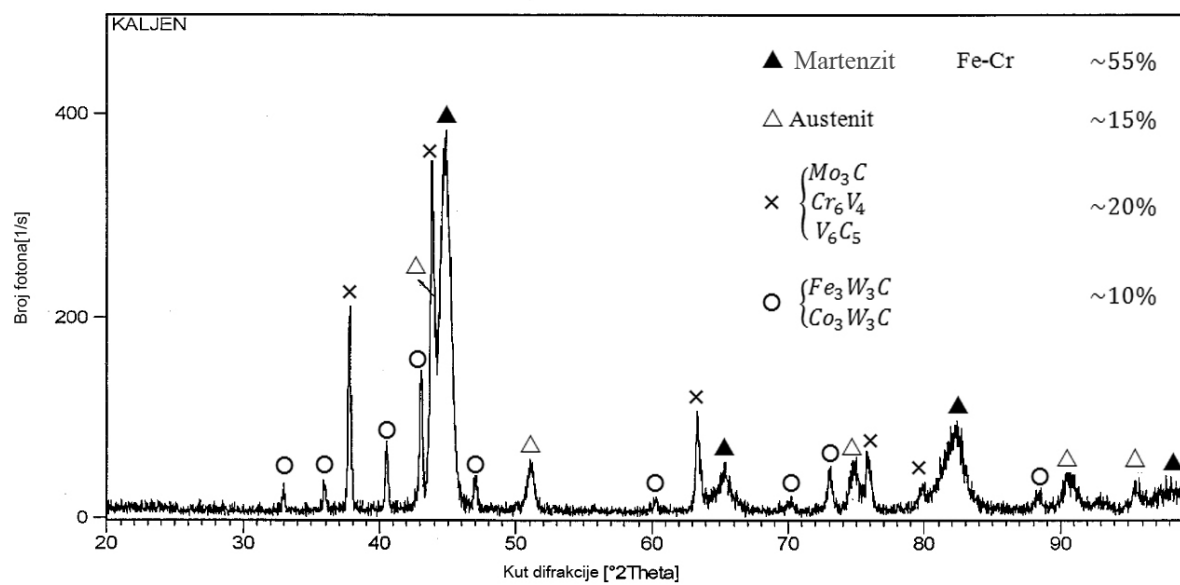
5.1. XRD analiza

Analiza rendgenskom difrakcijom provedena je na Zavodu za fizičku kemiju instituta Ruđer Bošković. U ispitivanju je korišten difraktometar Phillips PW 1710. Korišteno je 8 ispitnih uzorka dimenzija ϕ 10x2mm. Vrijednost Braggovog kuta za sve uzorke je iznosila $4,6^\circ \leq 2\theta \leq 99,58^\circ$. Korak je iznosio 0,02 °/s, a temperatura ispitivanja iznosila je 25 °C. Ostali parametri navedeni su u prilogu 2.

Na slici 5.1. prikazani su dijagrami snimljeni za početno stanje čelika i uzorak 1230A.



a)



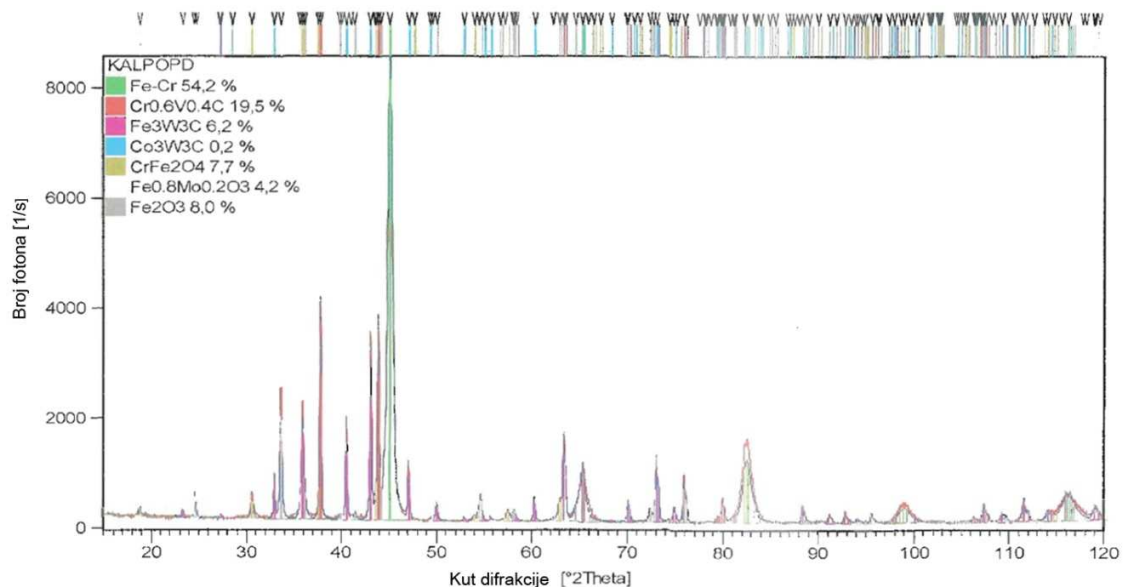
b)

Slika 5.1. Rendgenogrami

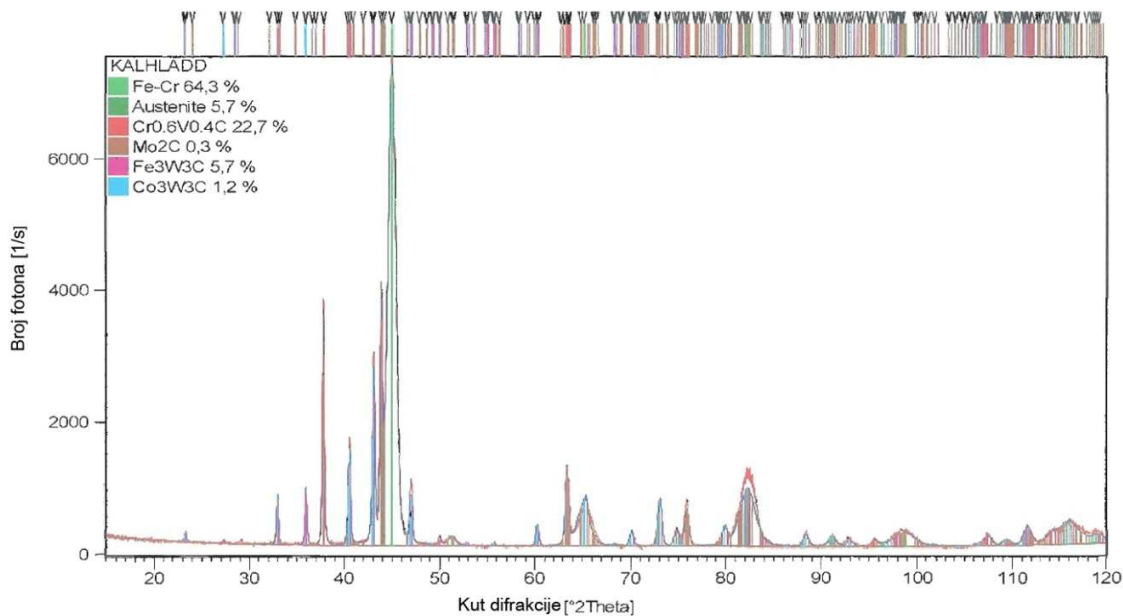
- a) Početno stanje čelika,
b) Uzorak 1230A

Dobiveni rendgenogrami u skladu su s činjenicama navedenima u poglavlju 2.1.2. povećanjem temperature austenitizacije povećao se udio zaostalog austenita, dok su udjeli karbida ostali približno jednaki.

Sljedeći dijagrami prikazuju rendgenograme uzoraka oznaka 1130A i 1130B.



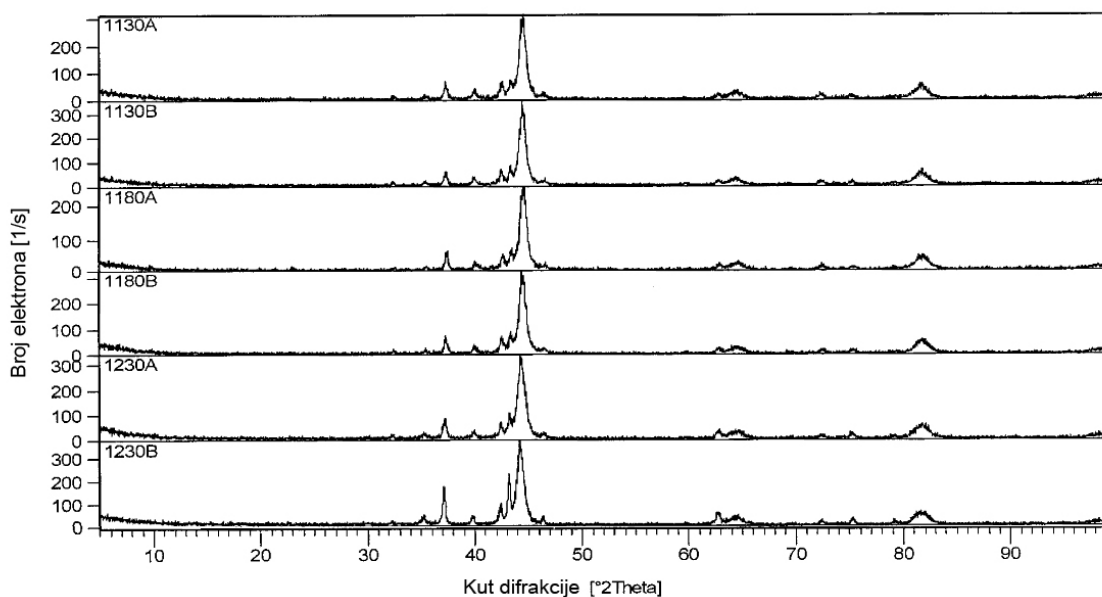
a)



b)

Slika 5.2. Rendgenogrami uzoraka 1130A (a) i 1130B (b)

Iz sljedeća dva rendgenograma možemo zaključiti da je popuštanjem došlo do smanjenja udjela martenzita u strukturi. Udjeli karbida su također smanjeni. Ove rezultate ipak treba uzeti sa rezervom pošto nalazimo i tragove oksida. To znači da je ispitivanje obavljeno na dijelu površine uzorka koje je oksidiralo u dodiru sa zrakom, tako da ono ne može biti reprezentativno za cijeli uzorka. Kod uzoraka koji su prije popuštanja duboko hlađeni je došlo do povećanja udjela martenzita od 0,8%. Suprotno očekivanjima, povisio se i udio austenita u odnosu na početno stanje, i to za 2,5%. Udio karbida prisutnih ($\text{Cr}_{0,6}\text{V}_{0,4}\text{C}$, $\text{Fe}_3\text{W}_3\text{C}$) u početnom stanju također se smanjio, ali je došlo do minimalnog povećanja za otpornost na trošenje jako važnih Mo_2C karbida, i značajnijem povećanju dvostrukih karbida volframa i kobalta ($\text{Co}_3\text{W}_3\text{C}$) u iznosu od 1%. Na sljedećoj slici kvalitativno su prikazani dijagrami stanja A i B za sve temperature austenitizacije.



Slika 5.3. Rendgenogrami za stanja A i B za sve temperature austenitizacije

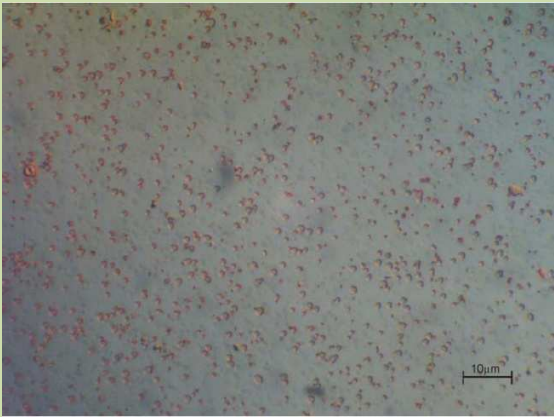
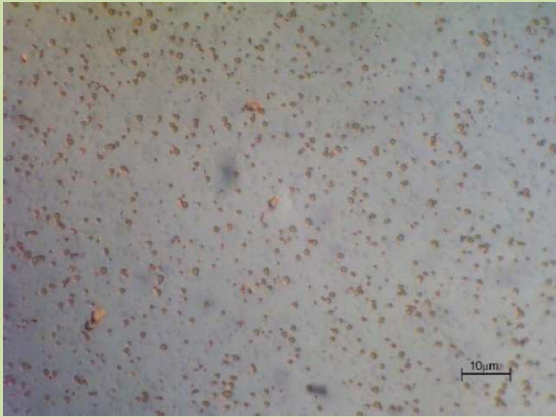
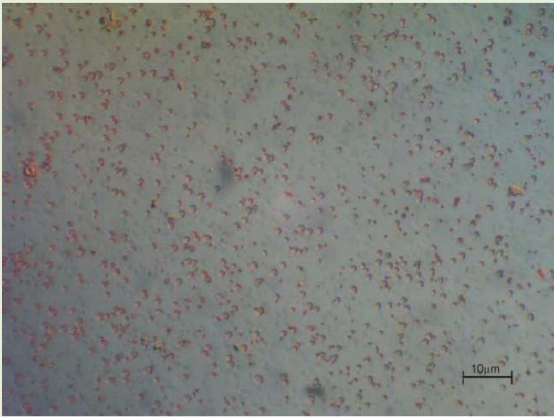
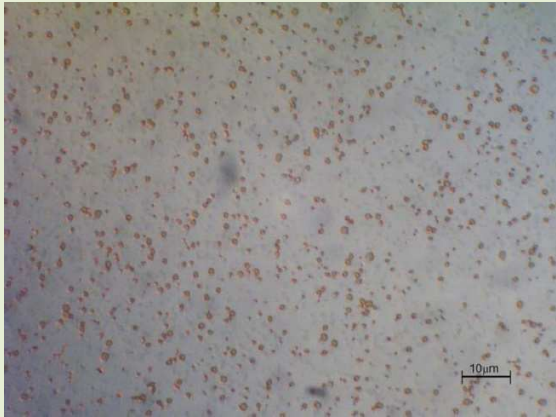
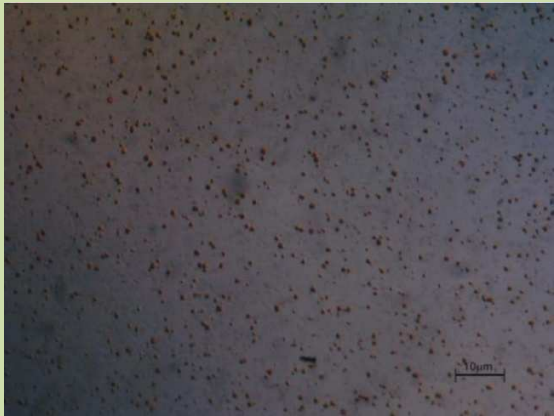
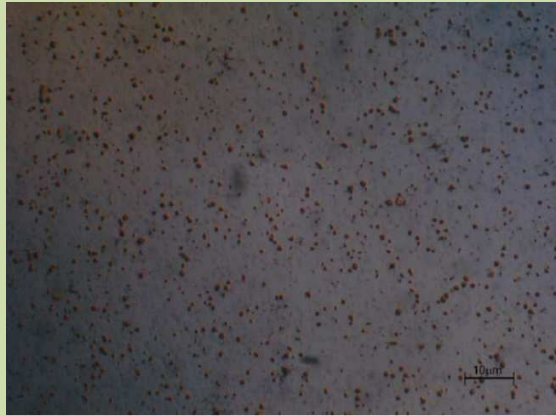
Najveće promjene u udjelima faza primjećujemo kod uzoraka gašenih sa 1230°C. Iskoristimo li legendu prikazanu na slici 5.3. možemo zaključiti da su te promjene uglavnom vezane uz povećanje udjela karbida. Između ostalih uzoraka koji dijele temperaturu austenitizacije je teško zamijetiti značajnije promjene.

5.2. Mikrostrukturno i mehaničko ispitivanje

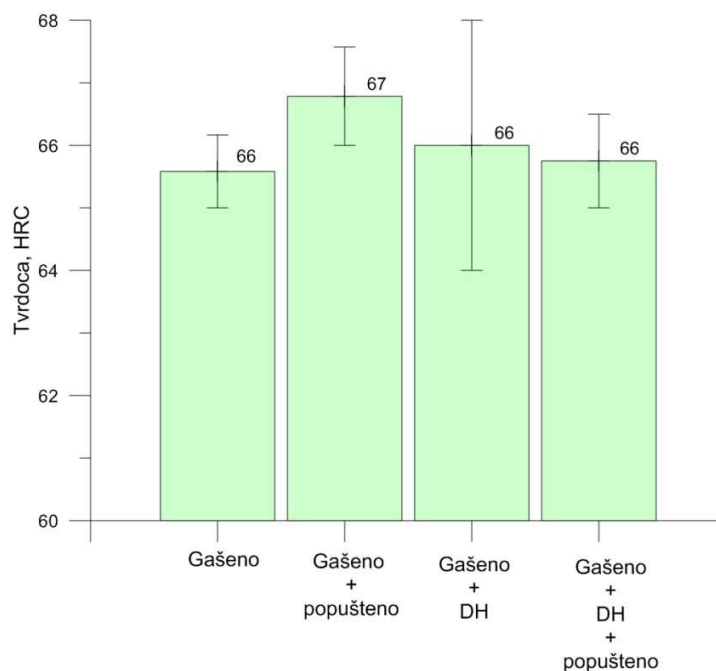
Mikrostrukturno ispitivanje provedeno je u Laboratoriju za materijalografiju na Fakultetu strojarstva i brodogradnje. Za mikrostrukturna ispitivanja korišteno je šest uzoraka dimenzija 18,5x10 mm koji su polirani pa zatim nagriženi alkalnom otopinom natrij piktrala (25 g NaOH, 100ml vode)-2% pikral. Analiza mikrostrukture rađena je na svjetlosnom mikroskopu OLYMPUS BH-2 UMA pod povećanjem 1000:1.

Iz fotografija mikrostrukture može se zaključiti da će kombinacija dubokog hlađenja i popuštanja dovesti do dispergiranih i sitnijih zrnaca karbida. Također se može zaključiti da će mikrostruktura tih uzoraka biti homogenija.

Tablica 5-1: Mikrostrukture uzoraka:

	Gašenje + trostruko popuštanje(3x540°C/2h+1x510°C/2h)	Gašenje + duboko hlađenje (-196°C/25h) + trostruko popuštanje(3x540°C/2h+1x510°C/2h)
1130°C		
1180°C		
1230°C		

Ispitivanja tvrdoće provedeno je na tvrdomjeru tipa 1434 Laboratorija za toplinsku obradu na Fakultetu strojarstva i brodogradnje.



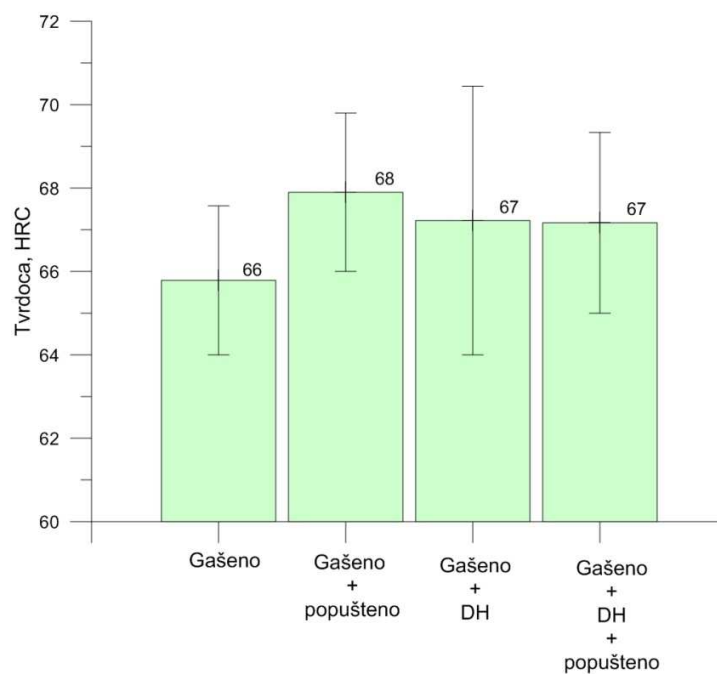
Slika 5.4. Tvrdoće uzoraka temperature austenitizacije 1130°C

Iz rezultata se može zaključiti:

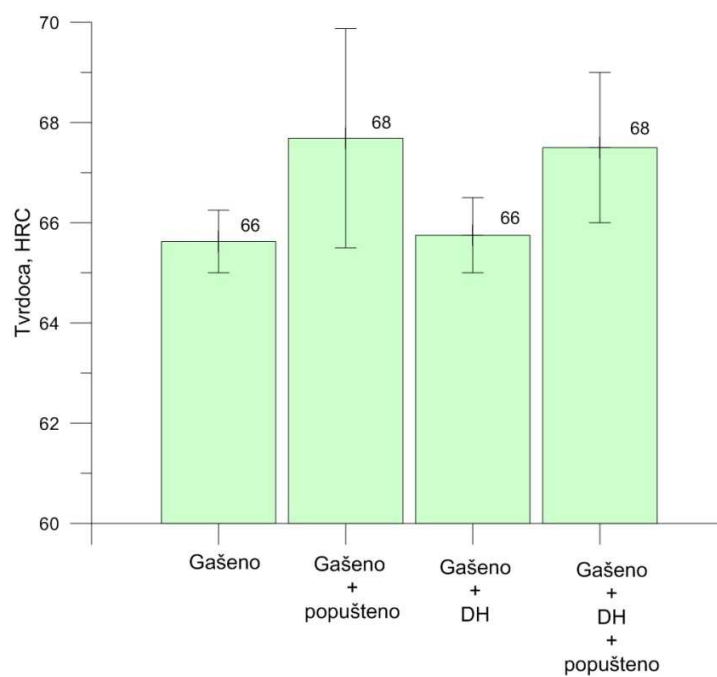
- da se korištenjem temperature austenitizacije od 1130°C ne može niti jednim os spomenutih postupaka postići maksimalna tvrdoća ovog čelika. To je u skladu s preporukama proizvođača, koji kao najnižu temperaturu austenitizacije navodi 1150°C [20]

- da će se tvrdoća čelika povećati nakon postupka dubokog hlađenja, i da se može postići maksimalna tvrdoća ako se nakon dubokog hlađenje provede i popuštanje

- maksimalna promjena tvrdoće nakon kombiniranog procesa dubokog hlađenja i popuštanja primijećena je kod uzoraka gašenih sa najviše temperature austenitizacije (1230°C), što je u skladu s pretpostavkom da će baš u njemu biti najveći udio zaostalog austenita; time su potvrđeni rezultati rendgenske difrakcije i dijagram na slici 3.6.



Slika 5.5. *Tvrdoće uzoraka temperature austenitizacije 1180°C*



Slika 5.6. *Tvrdoće uzoraka temperature austenitizacije 1230°C*

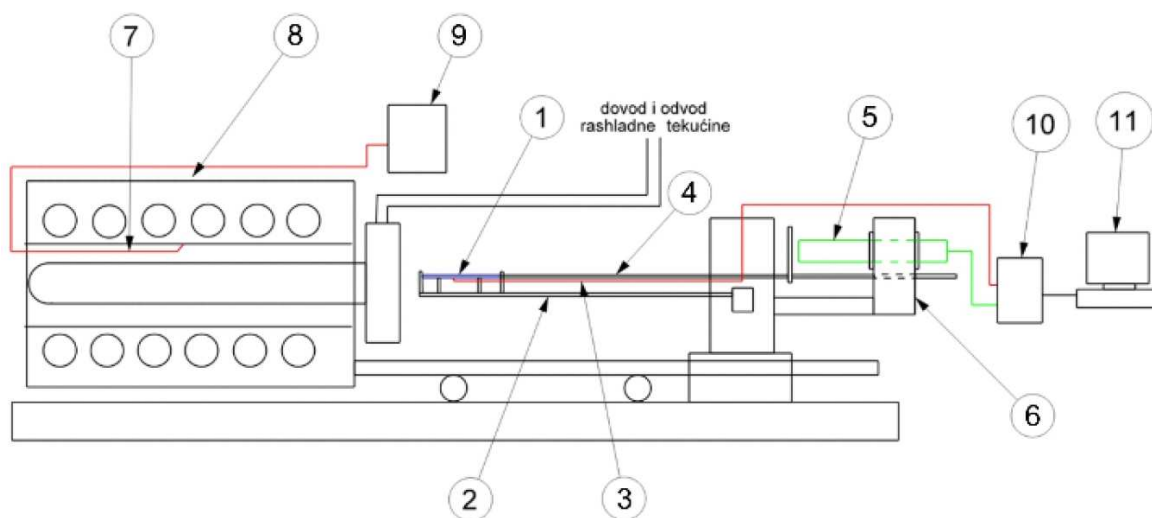
5.3. Dilatometrijsko ispitivanje

Dilatometrijsko ispitivanje provedeno je na Zavodu za toplinsku obradu Fakulteta strojarstva i brodogradnje na dilatometru A.D.A.M.E.L. DP55. U izvornoj izvedbi ovaj uređaj može se koristiti za snimanje apsolutne i diferencijalne krivulje dilatacije pomoću optičkog sustava koji na ekran projicira svijetle točkice. Relativna pozicija točkica na ekranu odgovara promjeni dimenzija ispitnih epruveta. Samo snimanje se odvija tako da mjeritelj u određenim trenucima na graf bilježi promjenu dimenzije uzorka i vrijeme ili temperaturu pri kojoj očitava dilataciju.



Slika 5.7. *Modernizirani dilatometar A.D.A.M.E.L. DP55*

Ovaj postupak se pokazao jako zamornim i sklon greškama tijekom višesatnog popuštanja. Zbog toga je ovaj uređaj moderniziran mijenjanjem optičkog sustava induktivnim mjeračima pomaka sa koje se podaci preko kartice za akviziciju šalju u računalo. Pomoću iste kartice registriraju se i temperature dobivene sa termoelemenata postavljenih u blizini uzoraka i grijača peći. Ovi podaci se prikazuju i obrađuju u programu izrađenom u grafičkom programskom jeziku LabVIEW. Tijekom spomenute modernizacije izmijenjen je i zastarjeli i nepouzdan mehanički regulator temperature peći modernijom upravljačkom konzolom proizvođača Shimaden. Shematski prikaz moderniziranog dilatometra prikazan je na slici 5.8.



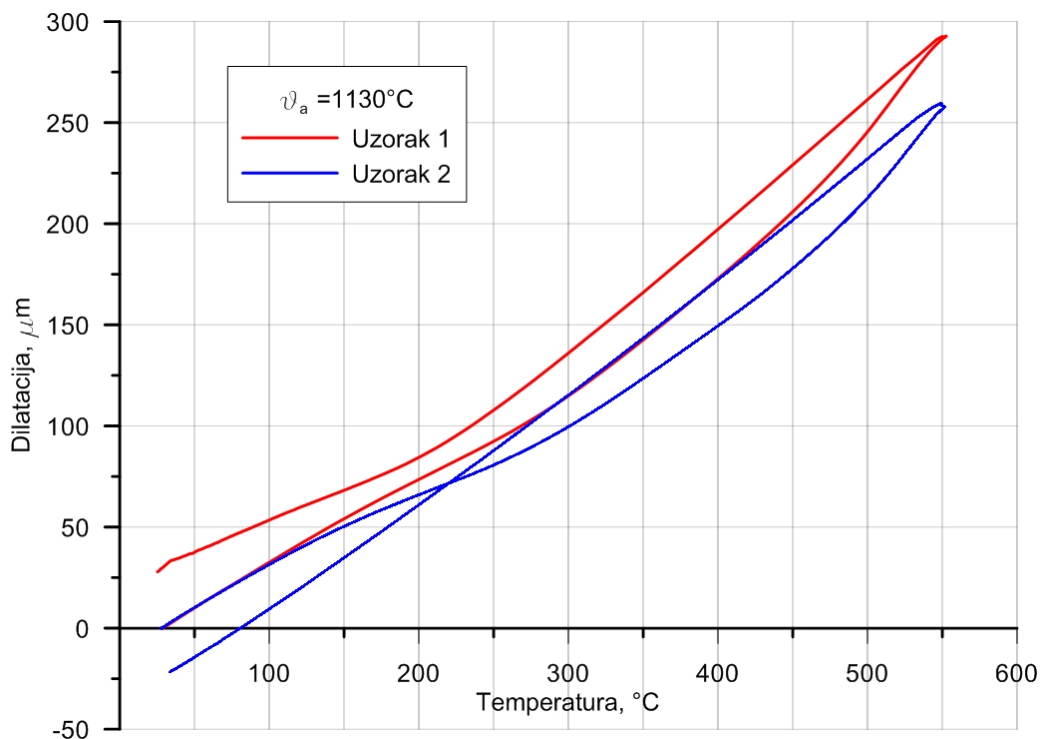
- Popis dijelova:*
- 1-Uzorak
 - 2-Nosač uzorka
 - 3-Termoelement uzorka
 - 4-Potisni štap
 - 5-Indukcijski mjerač pomaka
 - 6-Nosač mjerača pomaka
 - 7-Regulacijski termoelement peći
 - 8-Peć
 - 9-Upravljačka konzola
 - 10-Akvizijska kartica
 - 11-Računalo

Slika 5.8. Shematski prikaz moderniziranog dilatometra A.D.A.M.E.L. DP55 [17]

Prije svakog mjerenja induktivni senzori su nulirani u području u kojem imaju najmanju grešku [17] i korištena je vodom hlađena toplinska barijera između senzora i peći. Te mjere su poduzete kako bi se što više povećala točnost i ponovljivost mjerenja. Zbog istog razloga paralelno sa mjerenjem dilatacije uzorka mjerena je i dilatacija etalona izrađenog od materijala naziva PYROS (82% Ni, 7% Cr, 5% W, 3% Fe, 3% Mn). Svojstvo ovog materijala je da se ugrijavanjem linearno rasteže. To znači da se preko vrijednosti dilatacije etalona može izvršiti korekcija temperature mjerene preko termoelementa. Potreba za tom korekcijom proizlazi iz manjeg promjera termoelementa (\varnothing 1,5mm) u odnosu na promjer uzorka (\varnothing 3,5mm), zbog čega treba pretpostaviti da će se oni grijati i hladiti različitim dinamikama. Za etalon istog promjera kao ispitivani uzorak postoje precizni tablični podatci iz kojih je regresijskom analizom izvedena formula pomoću koje se iz dilatacije etalona može odrediti temperatura koja vjernije odgovara temperaturama etalona i samoga uzorka.

Vrijednosti korekcije temperature tijekom popuštanja mogu se vidjeti u prilogu 5. Tamo se očituje da je najveća korekcija iznosila oko 30°C i izvedena je na samom početku hlađenja. Razlog tome je puno

brže hlađenje termoelementa od hlađenja uzorka i etalona. Tijekom izoterme korekcija je iznosila oko 7°C u prosjeku.



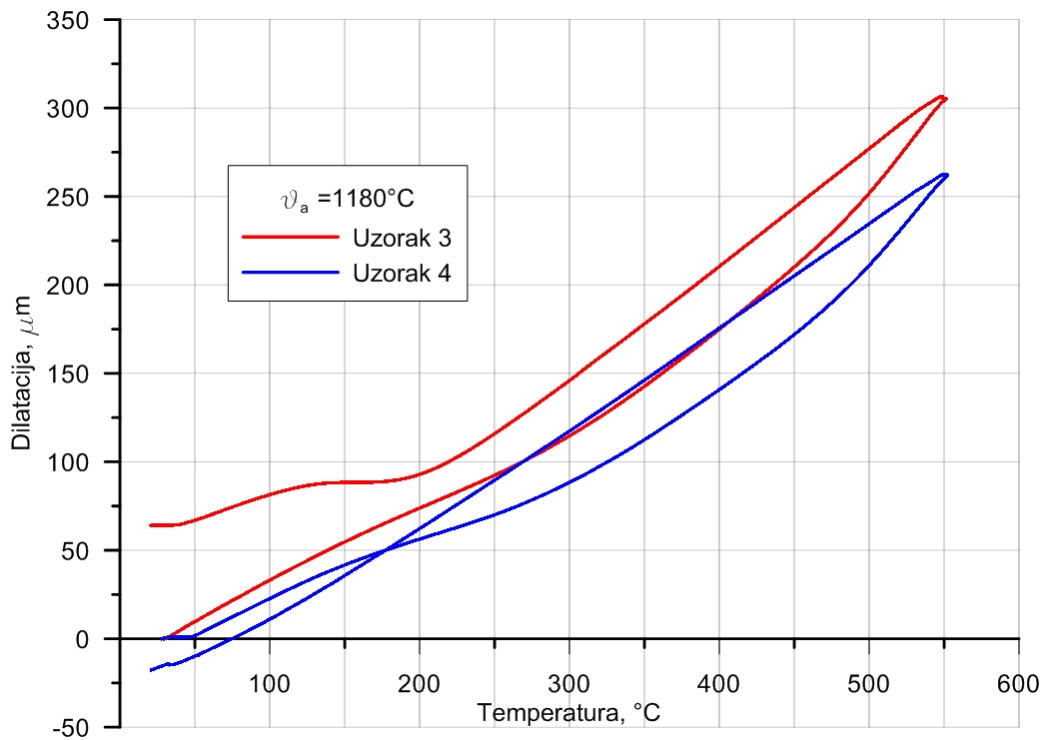
Slika 5.9. Dilatogrami ispitnih uzoraka 1 i 2 izrađenih od Böhler S390 Microclean[®] čelika nakon kaljenja sa temperature austenitizacije 1130°C (N₂) i:

- Popuštanja u dilatometru na 540°C u trajanju od 2 sata,
- Dubokog hlađenja na -196°C kroz 25 sati i Popuštanja u dilatometru na 540°C u trajanju od 2 sata

Iz snimljenih dilatometričkih krivulja može se zaključiti slijedeće:

-ispitni uzorci u kaljenom i popuštenom stanju pokazali su veću apsolutnu dilataciju pri 540°C, od prethodno duboko hlađenih uzoraka što ukazuje na veći udio zaostalog austenita u mikrostrukturi uzoraka koji nisu duboko hlađeni, dakle, dubokim hlađenjem uklonio se dio zaostalog austenita

-kod svih konvencionalno obrađenih uzoraka pojavilo se produljenje koje je bilo veće što je temperatura austenitizacije bila veća, nastanak produljenja uzrokovan je nastankom sekundarnog martenzita što je u skladu s prethodnim stavkom

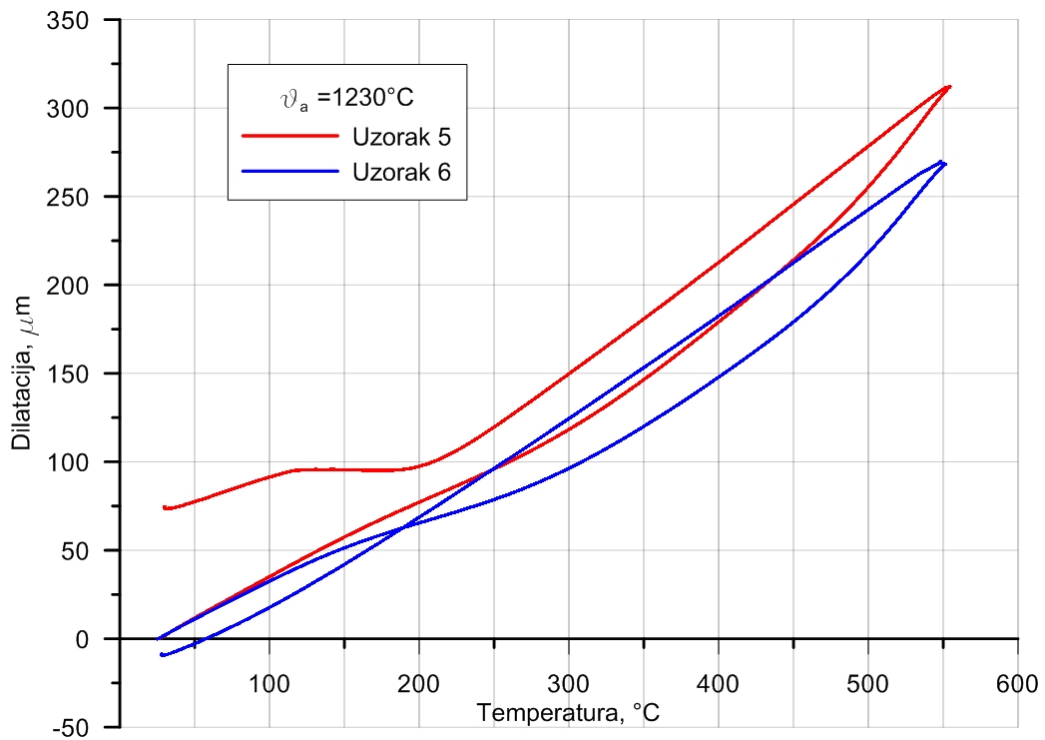


Slika 5.10. Dilatogramu ispitnih uzoraka 3 i 4 izrađenih od Böhler S390 Microclean® čelika nakon kaljenja sa temperature austenitizacije 1180°C (N₂) i:

- Popuštanja u dilatometru na 540°C u trajanju od 2 sata,
- Dubokog hlađenja na -196°C kroz 25 sati i Popuštanja u dilatometru na 540°C u trajanju od 2 sata

-ispitni uzorci koji su bili kaljeni i duboko hlađeni pokazali su kontrakciju nakon popuštanja što ukazuje na gotovo potpunu transformaciju u sekundarni martenzit, kojemu se tijekom popuštanja smanjuje stupanj tetragonalnosti

-iz dilatograma kaljenih i popuštenih uzoraka uočava se promjena smjera krivulje hlađenja u temperaturnom intervalu između 170 i 190°C, što odgovara temperaturi M_s'' ; kod duboko hlađenih uzoraka nije izražena temperatura M_s''



Slika 5.11. Dilatogrami ispitnih uzoraka 5 i 6 izrađenih od Böhler S390 Microclean® čelika nakon kaljenja sa temperature austenitizacije 1230°C (N_2) i:

- Popuštanja u dilatometru na 540°C u trajanju od 2 sata,
- Dubokog hlađenja na -196°C kroz 25 sati i Popuštanja u dilatometru na 540°C u trajanju od 2 sata

6. Zaključak

Iz provedenih istraživanja može se zaključiti da će duboko hlađenje uzrokovati smanjenje udjela zaostalog austenita u kaljenom brzoreznom čeliku, te da će uzrokovati izlučivanje karbida u većim količinama, nego kod čelika koji je samo popušten.

Jednim popuštanjem sa 540°C u trajanju od 2 sata moguće je ostvariti maksimalnu postizivu tvrdoću Böhler S390 Microclean® čelika (68HRC). To nije bilo moguće jedino kod uzoraka koji su gašeni sa temperature austenitizacije od 1130°C što je u skladu s preporukama proizvođača, koji kao najnižu temperaturu austenitizacije navodi 1150°C [20]

Samo duboko hlađenje nije imalo značajan utjecaj na tvrdoću uzoraka, dok je u kombinaciji sa popuštanjem dovelo do maksimalne postizive tvrdoće ovog čelika. Ipak, treba uzeti u obzir da će u oba slučaja doći do povećanja žilavosti brzoreznog čelika [11,12].

Ispitni uzorci u kaljenom i popuštenom stanju pokazali su veću apsolutnu dilataciju pri 540°C, od prethodno duboko hlađenih uzoraka što ukazuje na veći udio zaostalog austenita u mikrostrukturi uzoraka koji nisu duboko hlađeni, dakle, dubokim hlađenjem uklonio se dio zaostalog austenita.

Kod svih konvencionalno obrađenih uzoraka pojavilo se produljenje koje je bilo veće što je temperatura austenitizacije bila veća, nastanak produljenja uzrokovan je nastankom sekundarnog martenzita. Ispitni uzorci koji su bili kaljeni i duboko hlađeni pokazali su kontrakciju nakon popuštanja što ukazuje na gotovo potpunu transformaciju u sekundarni martenzit, kojemu se tijekom popuštanja smanjuje stupanj tetragonalnosti.

Iz dilatograma kaljenih i popuštenih uzoraka uočava se promjena smjera krivulje hlađenja u temperaturnom intervalu između 170 i 190°C, što odgovara temperaturi M_s ; kod duboko hlađenih uzoraka nije izražena temperatura M_s .

Iz navedenih promjena može se zaključiti da se duboko hlađenje može koristiti kao zamjena za prvi ciklus popuštanja brzoreznih čelika. Korist dobivena iz toga je ekonomske i ekološke prirode, pošto je konvencionalno popuštanje energetski zahtjevnije od dubokog ohlađivanja.

U daljnjim istraživanjima je potrebno provesti dilatometrijsko ispitivanje i na uzorcima koji su drugi put popušteni i usporediti ih sa onima duboko hlađenim i popuštenim. Isto tako, trebalo bi se ponoviti ispitivanje tvrdoće uzoraka, ovaj put metodom po Vickers-u zbog njene veće selektivnosti.

Literatura

- [1] Novosel, M., Cajner, F., Krumes, D. Alatni materijali, Strojarski fakultat u Slavonskom Brodu, Slavonski brod, 1996.
- [2] Stupnišek, M., Cajner F. Osnove toplinske obradbe metala, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2001.
- [3] Kovačiček, F., Španiček, Đ. Materijali, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2000.
- [4] Filetin, T., Kovačiček, F., Indof, J. Svojstva i primjena materijala, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2006.
- [5] Schwarz, C. Why you should freeze your tools, Popular woodworking, 2001., broj 12., str. 58.-61.
- [6] Collins D.N., Dormer J. Deep cryogenic treatment of a D2 cold work tool steel, Heat Treatment of Metals, 1997., broj 3, str. 71.-74
- [7] Bowes, R.G. The theory and practice of sub-zero treatment of metals, Heat Treatment of Metals, 1974., broj 1, str. 29.-32.
- [8] Davis, J.R. Metals handbook Vol. 2, 8. Izdanje, American society for metals, 1964., str. 138.-139.
- [9] Yun, D.; Xiaoping, L.; Hongshen, X. Deep cryogenic treatment of high-speed steel and its mechanism, Heat Treatment of Metals, 1998, broj 3, str. 55-59.
- [10] Collins, D.N. Deep cryogenic treatment of tool steels: a review, Heat Treatment of Metals, 1996., broj 2, str. 40.-42.
- [11] Cajner, F. Poboljšanje svojstava brzoreznog čelika dubokim hlađenjem, Zbornik radova MATRIB 2000, Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju, Zagreb, 2000., str. 49.-58.
- [12] Cajner, F., Leskovšek, V., Landek, D., Cajner, H. Effect of Deep-Cryogenic Treatment on High Speed Steel Properties, Materials and Manufacturing Processes, 2009., broj 24, str. 743.-746.
- [13] ASM Handbook, Volume 4 Heat treating, ASM International, 1991.
- [14] ASM Handbook, Volume 4 Machining, ASM International, 1991.
- [15] Jones, W.D., Fundamental Principles of Powder Metallurgy, Edward Arnold Publishers Ltd., London, 1960

- [16] Pomenić, L.: Mikrostruktura metala, lekcija 11, Tehnički fakultet Sveučilišta u Rijeci
- [17] Jagnjić, I.: Modernizacija dilatometra, diplomski rad, Fakultet strojarstva i brodogradnje, 2007.
- [18] Rabuzin, D. : Utjecaj dubokog hlađenja i prevlačenja na trošenje brzoreznog čelika, završni rad, Fakultet strojarstva i brodogradnje, 2008.
- [19] Stojko, A. Sub-zero Treatment of Tool Steels, magistarski rad, Tehničko sveučilište u Danskoj, Lyngby, 2001.
- [20] http://www.busmi.com/files/S390DE_rev.pdf
- [21] <http://www.ws6.com/cryo.htm>
- [22] <http://www.bohler-uddeholm.hr/boehler/646.php>
- [23] http://www.lindegas.com/international/web/lg/com/like/gcom30.nsf/docbyalias/ind_subzero
- [24] <http://www.cryogenicsinternational.com/systems.htm>
- [25] Howard, K., Icing the cake, Racecar engineering, 2008., Vol.11., broj 1, str. 34.-35.

Prilozi

Prilog 1: Rezultati ispitivanja tvrdoće

Temperatura austenitizacije	1130°C			
Stanje Mjerenje	Gašeno	Popušteno 540°C/2h	Gašeno + Duboko hlađeno - 196°C/25h	Gašeno + Duboko hlađeno -196°C/25h + Popušteno540°C/2h
1.	65,5	66,5	66	65
2.	66	67	65	66,5
3.	66,5	67	66	63,5
4.	65	67	66	65
5.	66	66	66	66
6.	63,5	67	68	66
7.	65	65	68	66
8.	66	67	66	63,5
9.			67	
10.			64	
\bar{X}	65,58	66,79	66	65,75

Temperatura austenitizacije	1180°C			
Stanje Mjerenje	Gašeno	Popušteno 540°C/2h	Gašeno + Duboko hlađeno - 196°C/25h	Gašeno + Duboko hlađeno -196°C/25h + Popušteno540°C/2h
1.	66	68,5	67	68
2.	66	67	67	67,5
3.	66	67	67	68
4.	67	68,5	67	65
5.	64	68	67	68
6.	64	69	64	67
7.	65	68	68,5	64,5
8.	66,5	69	67	68
9.		68	67	65
10.		66	67,5	68
\bar{X}	67,79	67,9	67,22	67,17

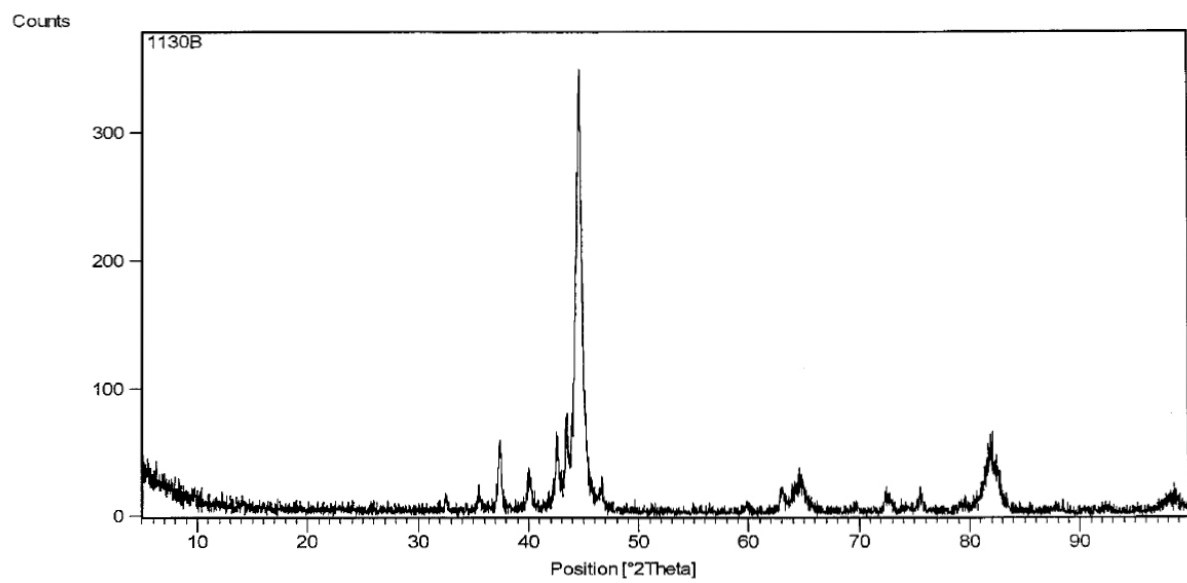
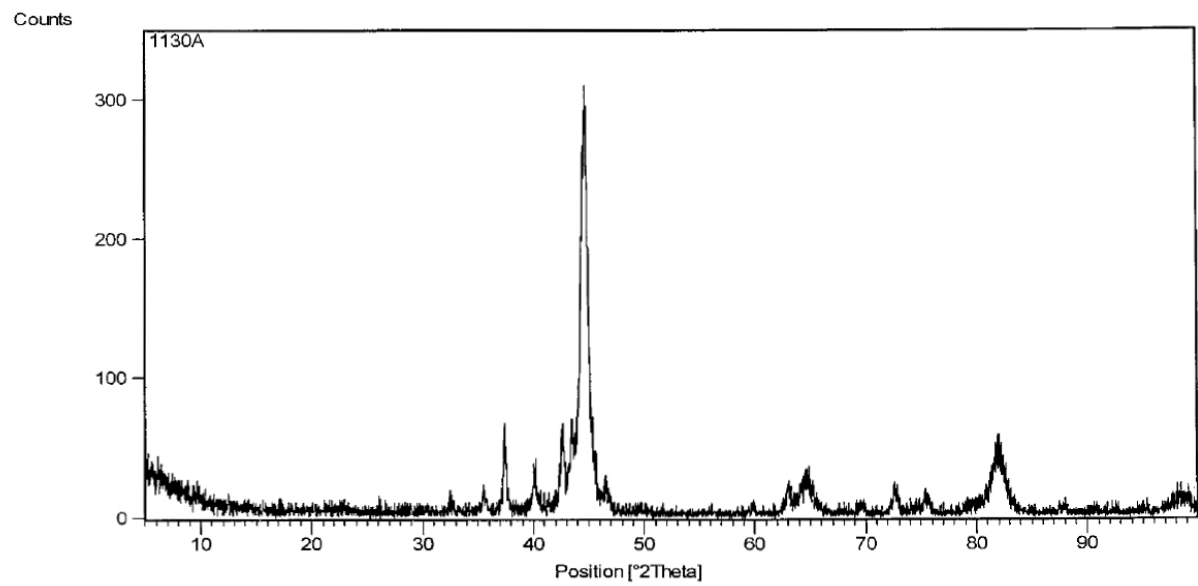
Temperatura austenitizacije	1230°C			
Stanje Mjerenje	Gašeno	Popušteno 540°C/2h	Gašeno + Duboko hlađeno - 196°C/25h	Gašeno + Duboko hlađeno -196°C/25h + Popušteno540°C/2h
1.	65,5	65,5	65	66
2.	66	67	65,5	68
3.	66,5	68	66	68,5
4.	66	68	66,5	67
5.	66	68	66	67
6.	65	69	65	67,5
7.	66	68	65	68,5
8.	65,5	68	67	68,5
9.				67
10.				68
\bar{X}	65,63	67,69	65,75	67,5

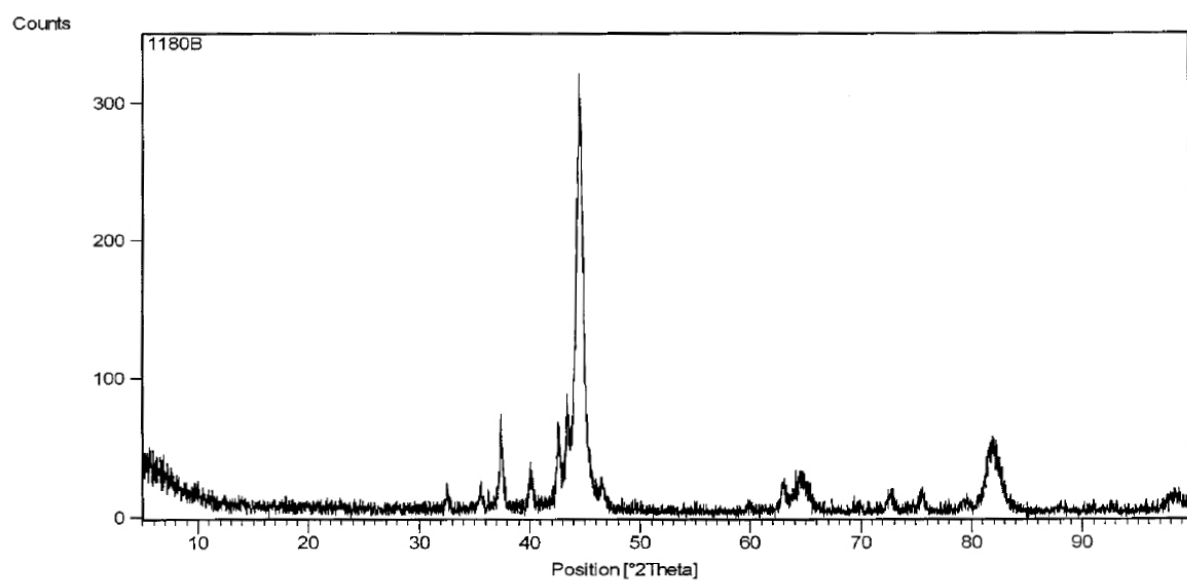
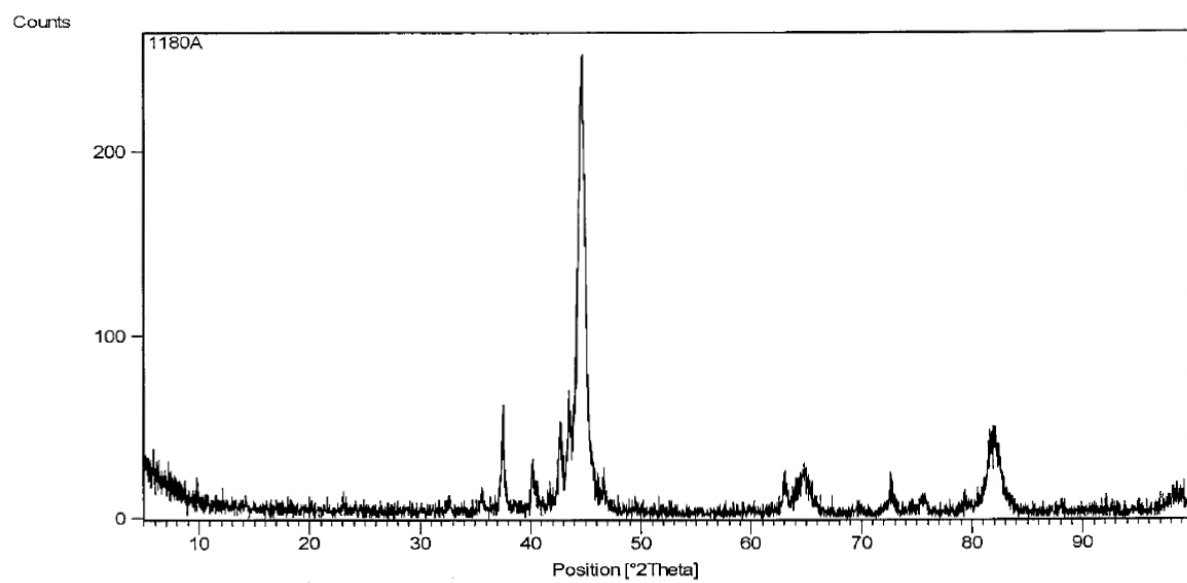
Prilog 2: Parametri ispitivanja XRD analizom

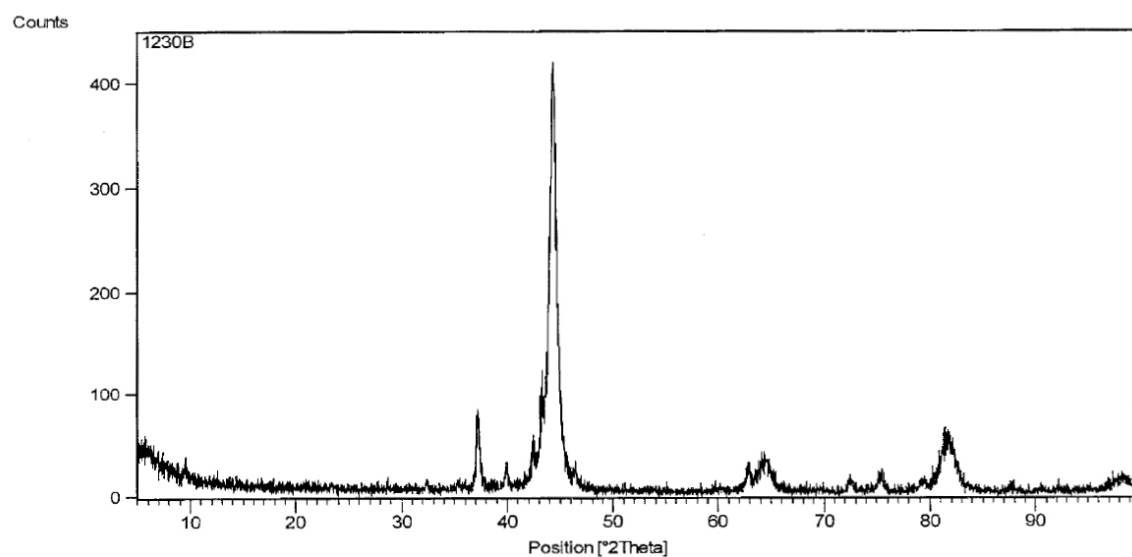
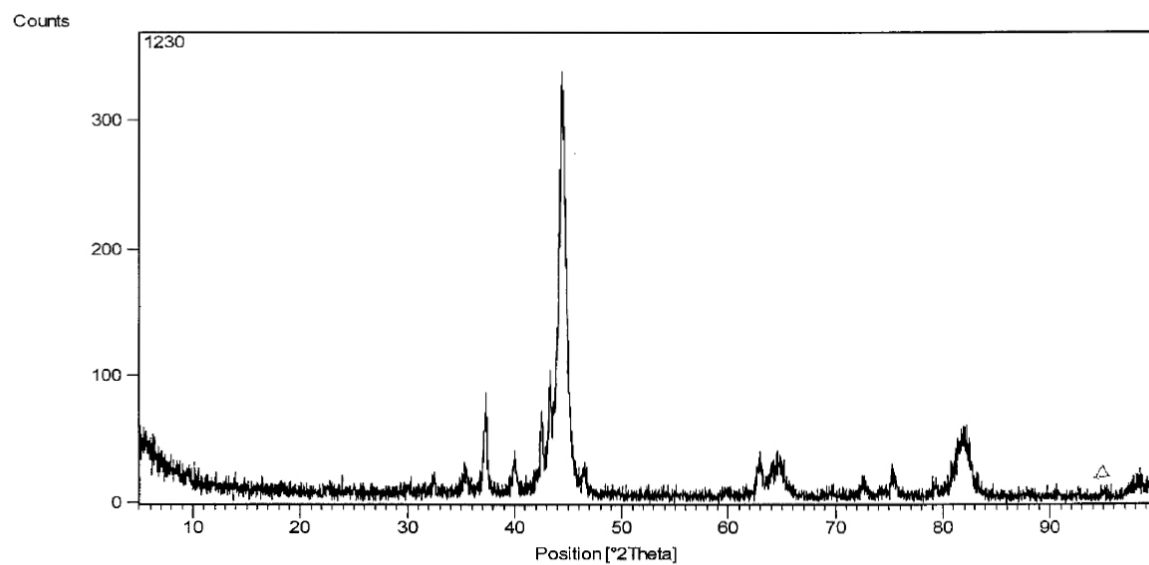
Anchor Scan Parameters

Dataset Name:	KALJEN_I196
File name:	C:\RTG_SNIMANJA_I_ANALIZE\Prof Cajner_FSB\KALJEN_I196.RD
Sample Identification:	kaljeno i -196C/25h
Comment:	AAZ5
Raw Data Origin:	PC-APD Diffraction Software
Scan Axis:	PHILIPS-binary (scan) (.RD)
Start Position [$^{\circ}2\theta$.]:	Gonio
End Position [$^{\circ}2\theta$.]:	4,6000
Step Size [$^{\circ}2\theta$.]:	99,5800
Scan Step Time [s]:	0,0200
Scan Type:	1,0000
Offset [$^{\circ}2\theta$.]:	Pre-set time
Divergence Slit Type:	0,0000
Divergence Slit Size [$^{\circ}$.]:	Fixed
Specimen Length [mm]:	1,0000
Receiving Slit Size [mm]:	10,00
Measurement Temperature [$^{\circ}\text{C}$.]:	0,1000
Anode Material:	25,00
K-Alpha1 [\AA .]:	Cu
K-Alpha2 [\AA .]:	1,54060
K-Beta [\AA .]:	1,54443
K-A2 / K-A1 Ratio:	1,39225
Generator Settings:	0,50000
Diffraction Type:	30 mA, 40 kV
Diffraction Number:	PW1710
Goniometer Radius [mm]:	1
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]:	173,00
Incident Beam Monochromator:	91,00
Spinning:	No
	No

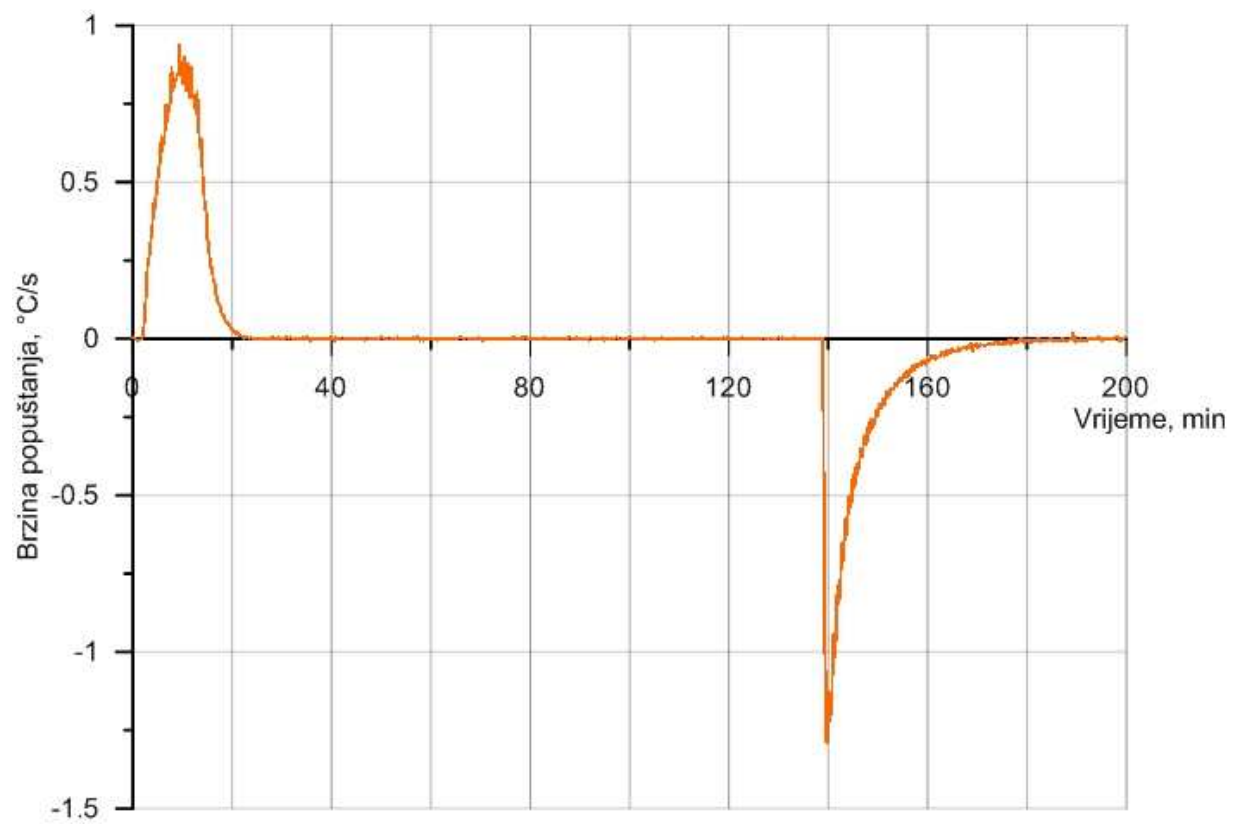
Prilog 3: Rendgenogrami



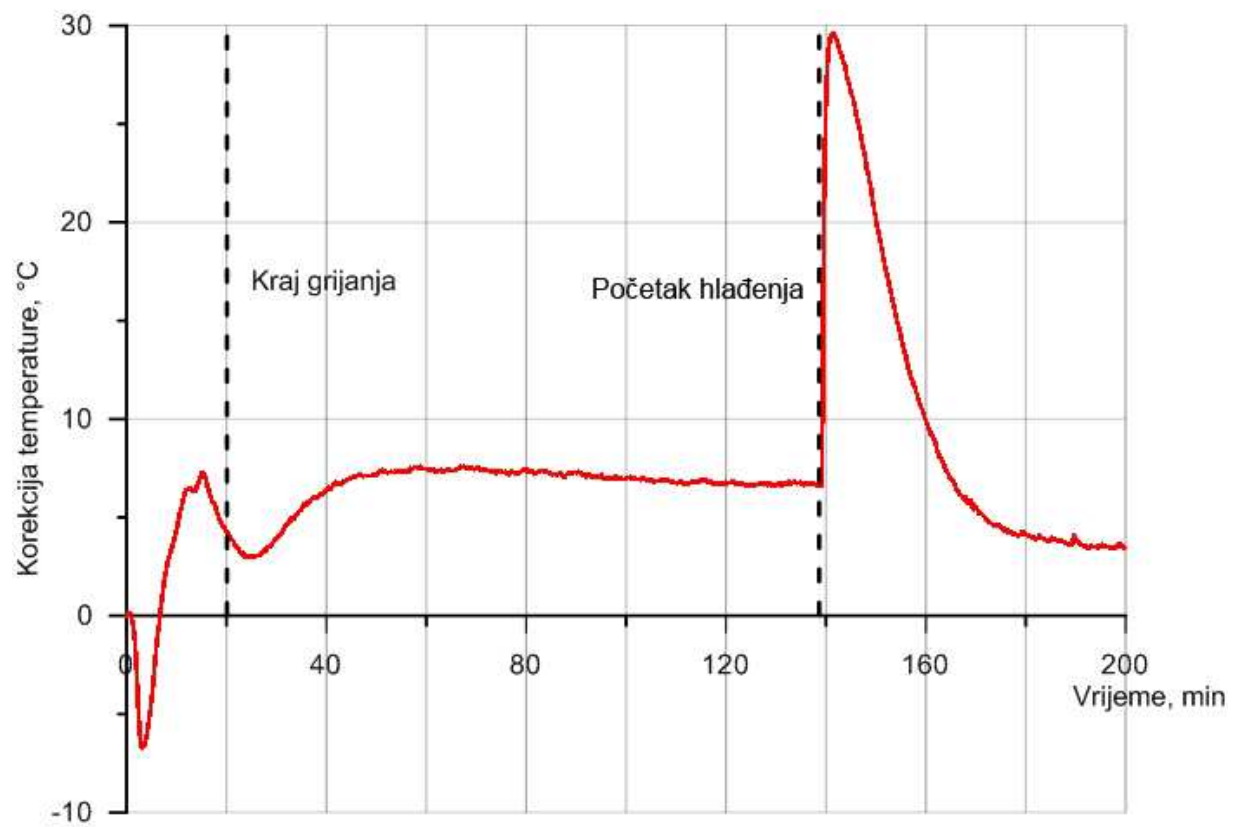




Prilog 4: Dijagram brzina popuštanja



Prilog 5: Vrijednost korekcije temperature



Prilog 6: Nacrt izrezivanja uzoraka

